КИ

ИЗВЕСТИЯ
АКАДЕМИИ НАУК СССР

СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ

1959 JUL 15

Т. XXIII №6

1959

ИЗДАТЕЛЬСТВО АКАДЕМИИ НАУК СССР
МОСКВА

Т. XXIII 1959 № 6

ИЮНЬ

РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ

Чл.-корр. АН СССР Б. С. Джелепов (главный редактор),
д-р физ.-мат. наук П. А. Бажулин (зам. главного редактора),
канд. физ.-мат. наук Ю. В. Хольнов (зам. главного редактора)

Председатель Оргкомитета
II Всесоюзного совещания по электронной микроскопии академик А. А. Лебедев

Материалы II Всесоюзного совещания по электронной микроскопии под общей редакцией д-ра физ.-мат. наук Г. В. Спивака, канд. физ.-мат. наук В. И. Милютина, канд. техн. наук Н. Г. Сушкина

Технический редактор *Е. К. Барташевич*

Адрес редакции: Москва, Б-64, Подсосенский пер., 21, Издательство АН СССР

Т-06749 Подписано к печати 13/VI-1959 г. Тираж 3000 экз. Зак. 1586
Формат бумаги 70×108 1/16 Бум. л. 3 1/2 Печ. л. 9,59+7 вкл. Уч.-изд. л. 11,4

2-я типография Издательства Академии наук СССР. Москва, Шубинский пер., 10

Материалы II Всесоюзного совещания по электронной микроскопии

(Москва, 9—13 мая 1958 г.)

(Продолжение, см. № 4 за 1959 г.)

В настоящем номере журнала публикуются работы, доложенные на секциях физики и методики электронномикроскопического исследования II Всесоюзного совещания по электронной микроскопии, созванного Отделением физико-математических наук АН СССР и секцией электронной микроскопии Общества им. А. С. Попова. Работы, доложенные на секции приборостроения, помещены в № 4 журнала.

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР

Т. XXIII, № 6 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1959

Н. М. ПОПОВ и Б. Б. ЗВЯГИН

ИЗУЧЕНИЕ МИНЕРАЛОВ МЕТОДОМ МИКРОДИФРАКЦИИ В ЭЛЕКТРОННОМ МИКРОСКОПЕ-ЭЛЕКТРОНОГРАФЕ С УСКОРЯЮЩИМ НАПРЯЖЕНИЕМ 400 kV

Создание методики микродифракции является выдающимся достижением как для электронной микроскопии, так и электронографии тонкодисперсных горных пород и минералов. Представляемая ею возможность выделять в изображении препарата какой-либо его микроучасток и вслед за этим получать соответствующую ему дифракционную картину, и обратно, выделяя отдельные рефлексы дифракционной картины, получать темнопольные картины, в которых светятся дифрагирующие в направлении выделенных лучей участки, имеет для этих микрообъектов особенно существенное значение.

Благодаря микродифракции выявляемые электронной микроскопией качественные и зачастую неоднозначные данные о внешнем виде отдельных частиц дополняются количественными структурными данными. На этой основе может быть осуществлен самый детальный анализ вещественного состава сложных пород, можно распознавать тонкие включения и редкие рассеянные примеси, проверять структурную однородность или неоднородность кристаллитов, изучать сростки структур и их переходные зоны, выявлять аморфные частицы.

Получаемые дифракционные картины уточняют и те качественные данные, которые непосредственно дает электронная микроскопия. Они позволяют установить иначе наблюдаемые другими способами наклоны и повороты частиц, различать волокна и трубки. Сопоставляя ориентацию электронномикроскопических и дифракционных картин, можно найти кристаллографические направления в частицах, пользуясь серией темнопольных картин, выявляющих расположение отражающих участков, соответствующих плоскостям различных индексов, можно разобраться в мозаичном строении кристаллитов, в их микрокристаллографии.

В некоторой степени роль микродифракции здесь аналогична роли использования поляризационных приспособлений в световой микроскопии, которые в свое время произвели целый переворот в геолого-минералогических исследованиях. Только микродифракция действует в условиях значительно более высоких разрешений и увеличений, отличается большей локальностью и использует самые определяющие — структурные характеристики вещества.

Для структурного анализа микродифракция реализует возможность получения дифракционных картин от монокристаллов тонкодисперсных минералов, несмотря на их крайне малые размеры. В этих картинах, в отличие от получаемых обычными методами структурного анализа, непосредственно представлены симметрия обратной решетки и распределение относительных интенсивностей тех рефлексов, которые в картинах от поликристаллов (ориентированных или неориентированных) совпадают. В картинах от монокристаллов лучше всего проявляется наличие субпериодов и других тонких особенностей структуры. Кроме того, в методике микродифракции исследование осуществляется на более высоком экспериментальном уровне, так как, ориентируясь по темнопольным картинам,

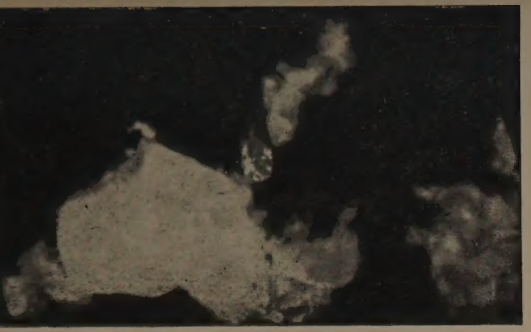


Рис. 1

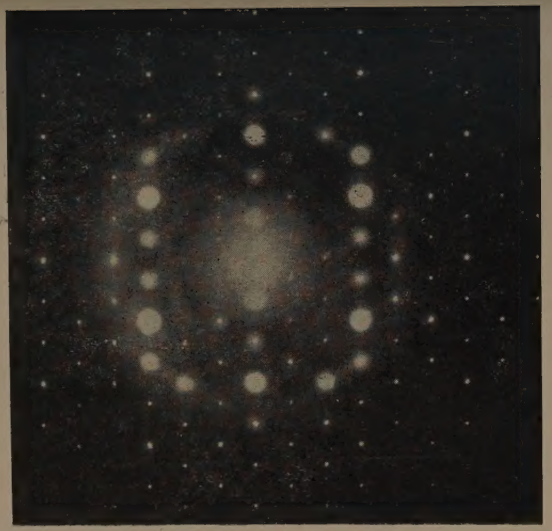


Рис. 3

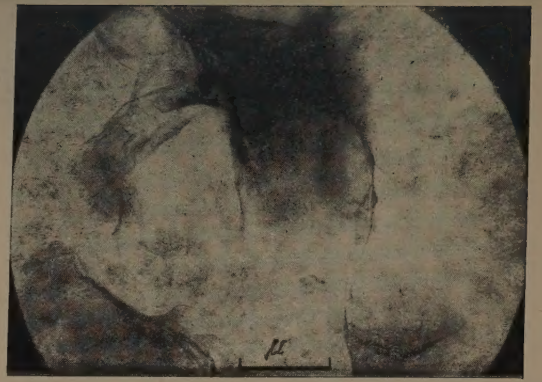


Рис. 5

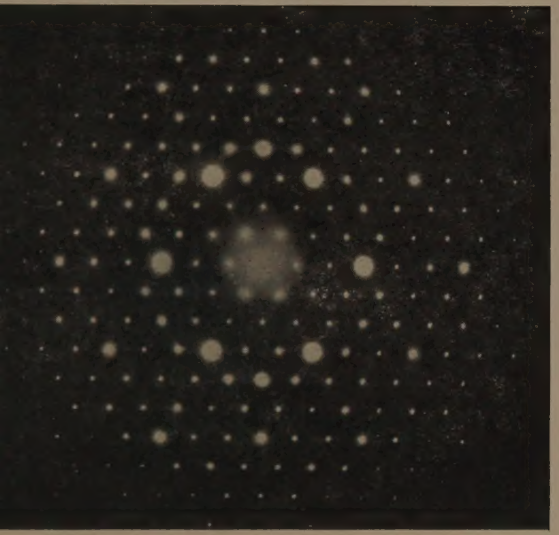


Рис. 2

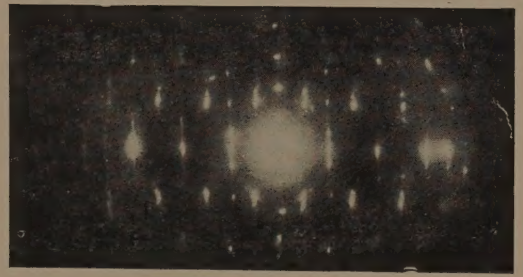


Рис. 4

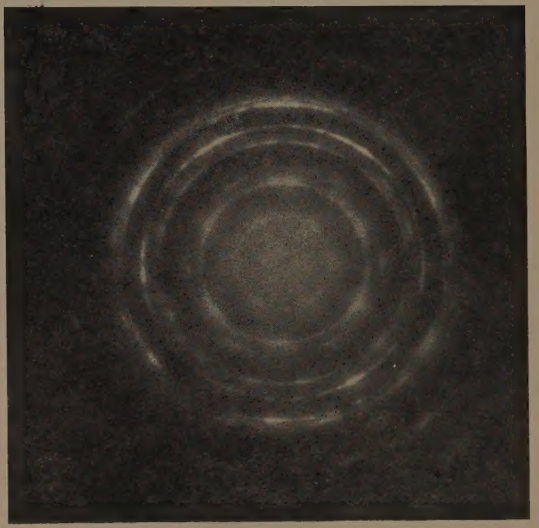


Рис. 6

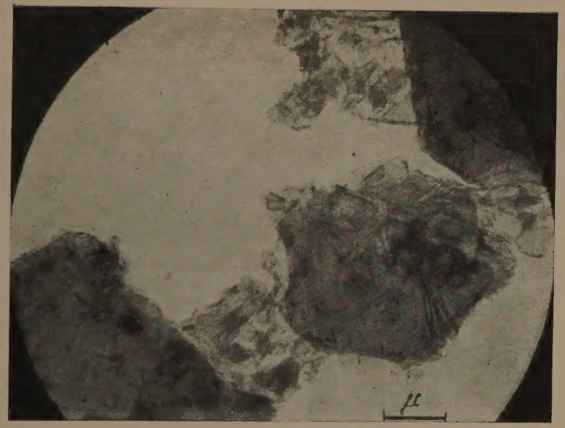


Рис. 7

Рис. 9

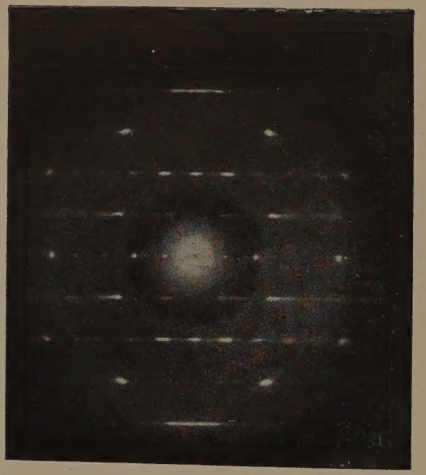
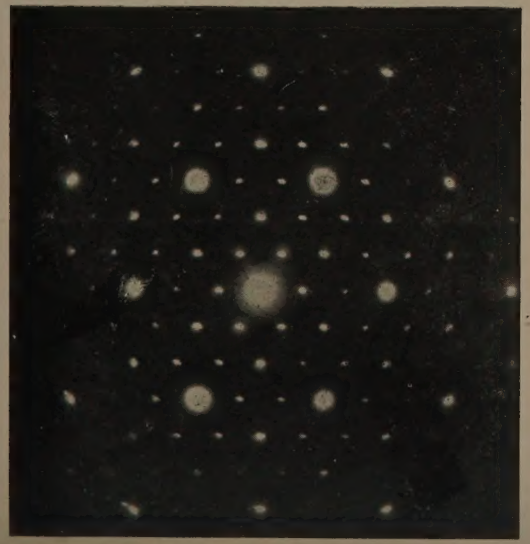
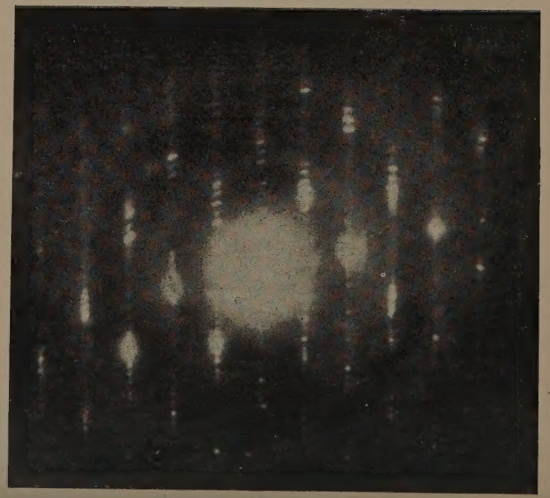


Рис. 11





можно сознательно выбирать наиболее благоприятные для дифракции участки препарата, наиболее перспективные для структурного анализа монокристаллы.

Особые возможности в применении методики микродифракции, в частности, к изучению минералов, имеет электронный микроскоп-электронограф конструкции Н. М. Попова с ускоряющим напряжением 400 kV [1].

При таком напряжении электроны приобретают (с учетом релятивистских поправок) скорость порядка 600 keV, для них оказываются проницаемыми толщины до 3 μ, благодаря чему доступными исследованию оказываются не только пластинчатые или волокнистые частицы, как при обычных ускоряющих напряжениях, но и изометричные частицы, более крупные частицы грубых фракций, т. е. почти все вещество тонкодисперсных пород во всем разнообразии их минерального состава.

С другой стороны, благодаря столь высокой скорости электронов диаметр селекторной области может быть доведен до 0,05 μ, что по крайней мере на порядок меньше, чем в обычных микроскопах с напряжением до 100 kV. Это особенно важно для изучения минералов из очень мелких и агрегирующихся частиц и для наблюдения структурных переходов в пределах одной частицы.

Малая длина волны ($\sim$0,016 kX), при которой секущий обратную решетку участок сферы Эвальда, в сущности, вырождается в плоскость, благоприятствует полноте дифракционных картин, получаемых при случайной, пока еще не регулируемой, ориентации микрокристалла. Это облегчает их интерпретацию, причем в большем диапазоне толщин кристаллов можно пользоваться кинематической теорией рассеяния электронов. Искажения электронограмм от посторонних полей в этом случае практически неощутимы.

Ниже излагаются некоторые результаты осуществленного на этом приборе исследования минералов, предпринятого для практической проверки эффективности и перспективности применения к ним метода микродифракции.

Рис. 1 представляет собой темнопольную картину кристаллов каолинита. По их «свечению» можно судить о характере рассеяния ими электронов и выбирать наиболее выгодные для получения дифракционных картин участки. В свою очередь дифракционные картины позволяют судить об ориентировке кристаллов и находить их кристаллографические направления. На рис. 2, 3 приведены точечные электронограммы, полученные, соответственно, от кристалла, перпендикулярного электронному пучку и повернутого на небольшой угол вокруг оси a, о чем можно судить по степени правильности гексагональной сетки рефлексов и симметрии распределения интенсивностей рефлексов. В частности, необходимость поворота кристаллика для выявления интенсивных рефлексов 020 на рис. 3 указывает на то, что ось b^* обратной решетки не перпендикулярна оси c^*, а элементарная ячейка каолинита является триклинной. Были получены также электронограммы деформированных кристаллов каолинита, о чем можно судить по тому, что вблизи каждого рефлекса основной сетки выступает ряд пространственных рефлексов, расположенных по дужке гиперболы.

На рис. 4 представлена электронограмма частицы галлуазита. Электронограмма в первом приближении может рассматриваться как картина прямой текстуры с осью b, что указывает на трубчатый характер соответствующей частицы, свернутой вокруг оси b. В дифракционной картине можно выделить сетку рефлексов hk и kl. Обе они центрированы так, что если последовательность рефлексов ool дает базальное межплоскостное расстояние $\sim$7Å, то истинный период c здесь $\sim$14 Å.

На рис. 5 видны чешуйки монтмориллонита, а электронограмма чешуйки на рис. 6 показывает, что она при всей расплывчатости своих очертаний имеет монокристальный характер.

Было также получено большое разнообразие дифракционных картин селодонита в соответствии с различной ориентировкой кристаллов.

Благодаря столь высокому ускоряющему напряжению мы смогли получить объемную картину из параллельных друг другу фрагментов для сравнительного крупного кристалла (рис. 7) серпентинитового минерала: предполагалось, что это антигорит, но согласно дифракционной картине (рис. 8) он оказался лизардитом. Как видно из электронограммы (рис. 9), антигорит имеет совершенно другую дифракционную картину, в которой тесно расположенные в направлении a^* дополнительные рефлексы указывают на наличие субпериода a, в данном случае примерно в семь раз большего, чем для лизардита.

От волокнистоподобных кристаллов хризотила и сепиолита (рис. 10) были получены электронограммы различного типа. Электронограмма хризотила (рис. 11) соответствует пластинке слоистого силиката, свернутой в трубку (в данном случае вокруг оси a).

В качественных особенностях рефлексов, имеющих (в зависимости от кратности индекса k трем) вид дискретных точек или лучей с затухающей к периферии интенсивностью, проявляется характерная для слоистых силикатов своеобразная неупорядоченность структуры в направлении оси b. Электронограмма сепиолита (рис. 12) уже не отражает трубчатой формы волокон для этого минерала. Тесно расположенные в направлении b^* дополнительные рефлексы согласуются с представлениями о наличии у сепиолита субпериода b, в три раза большего, чем обычно для слоистых силикатов. Однако выводы в отношении галлуазита и хризотилов можно считать более достоверными, так как они дают более выразительные дифракционные картины и обоснованы также результатами предыдущих исследований [2, 3]. Для сепиолитов, а также близких им палыгорскитов целесообразно произвести дополнительные исследования.

Цитированная литература

1. Попов Н. М., Изв. АН СССР. Сер. физ. 23, 4 (1959).
2. Honjo G., Mihama K., Acta crystallogr., 7, 511 (1954).
3. Zussman J., Brindley G. W., Comer J., J. Amer. Mineralogist, 42, 133 (1957).

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР

Т. XXIII, № 6 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1959

В. Н. ВЕРЦНЕР

ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ PbS-СУБЛИМАТОВ МЕТОДАМИ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ И ЭЛЕКТРОНОГРАФИИ

Свойства сернисто-свинцовых фотосопротивлений, изготавливаемых физическим способом, зависят от структуры первичных сублиматов, получаемых вакуумным испарением. Сублиматы представляют собой поликристаллические слои PbS толщиной порядка 1 μ, нанесенные на стеклянную подложку.

По внешнему виду неактивированные слои — первичные сублиматы — можно разделить на три группы: слои, имеющие зеркальную или матовую, типа металлической, внешнюю поверхность, и слои, представляющие в своей большей части, примыкающей к поверхности, сажевидный конденсат. Слои первых двух типов получаются при конденсации PbS на нагретых стеклянных подложках; «сажевые» слои образуются на непрогретых стеклах. Для изготовления фотосопротивлений обычно используются слои «металлические».

Электронографические исследования различных сублиматов, образованных на стеклянных подложках [1], и, в частности, сернисто-свинцовых слоев [2] показали, что кристаллики, составляющие эти слои, в большинстве случаев оказываются ориентированными по отношению к подложке. Ориентация кристалликов сублимата зависит от ряда факторов: рода и температуры подложки, направления падения паров на подложку, скорости конденсации, подвижности атомов конденсата, толщины слоя и т. д. Из этих факторов основным является воздействие подложки. Как известно, на монокристаллической подложке вырастают монокристаллические пленки, а на поликристаллических и аморфных подложках — поликристаллические, ориентированные и неориентированные относительно подложки, сублиматы. Изменением температуры подложки можно стимулировать возникновение разных ориентаций сублимата [3], а также уменьшить ее ориентирующее действие и получить неориентированный конденсат. В меньшей степени снижается ориентирующее действие подложки изменением направления паров вещества, приходящего от испарителя. Для PbS было найдено, что изменение угла падения паров до 80° вызывает наклон оси ориентации по направлению к источнику паров примерно на 10° [2]. Аналогичное явление наблюдается для сублимата из CaF_2 [4]. Высказанные недавно утверждения о дендритном строении и направленном росте дендритов в слоях PbS при толщине слоев около 1 μ вряд ли являются достоверными [5].

В своих исследованиях мы ставили себе целью проверить зависимость ориентации кристалликов слоя от направления падения паров PbS на стеклянную подложку при сохранении неизменными всех остальных условий конденсации. В полученных на нагретых стеклянных подложках слоях кристаллики были обычно избирательно ориентированы одной или, реже, двумя кристаллографическими плоскостями относительно стекла. Азимутальная ориентация кристалликов отсутствовала. Ось ориентации была наклонена в направлении источника паров PbS.

Для определения расположения в пространстве оси преимущественной ориентации мы применяли весьма простую методику. С исследуемого

образца при повороте его на 90° в своей плоскости получались на отражение две электронограммы. На прозрачной пластмассе строились в масштабе электронограммы системы рефлексов, отвечающих наиболее часто встречающимся ориентациям: плоскостями (111), (200), (220), (311) и т. д. параллельно подложке (рис. 1). При помощи подобных трафаретов из пластмассы на обеих электронограммах определялись углы между направлением осевого рефлекса, находящегося на оси симметрии электронограммы, и вертикалью, проведенной из центра электронограммы: α_1 и α_2 (рис. 2). В соответствии с рис. 3 по формуле

$$\operatorname{tg}\alpha_3 = \frac{1}{\sqrt{\operatorname{tg}^2\alpha_1 + \operatorname{tg}^2\alpha_2}},$$

можно было вычислить α_3 — угол наклона оси ориентации к плоскости подкладки.

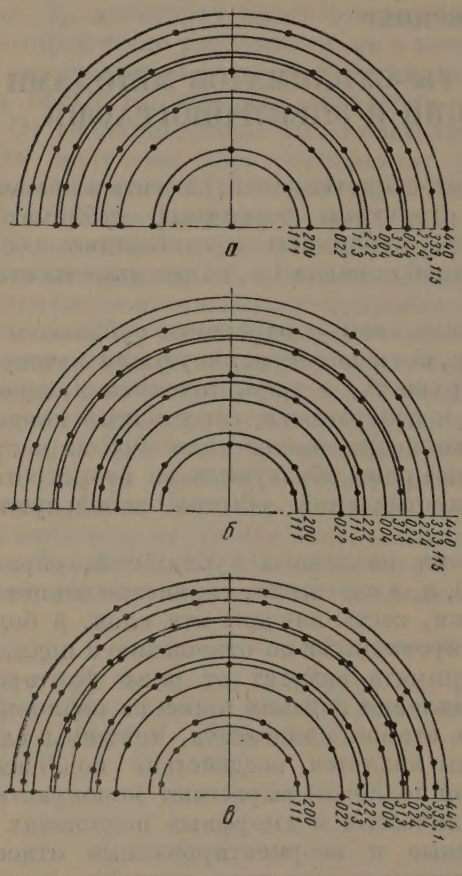


Рис. 1. Возможные рефлексы при преимущественной ориентации кристалликов параллельно подложке плоскостями: *а* — (200), *б* — (111) и *в* — (311)

Угол падения паров на подложку можно было изменять в широком диапазоне — от 0 до 90°. В сублиматах обычно присутствовали ориентированные и неориентированные кристаллики; последние преобладали при повышении температуры подложки, существенно выше 150° — температуры, при которой обычно проводилось испарение. В области малых углов падения наблюдалась преимущественная ориентация кристалликов плоскостями (200). Ось преимущественной ориентации кристалликов [200] при изменении угла падения от 0 до 60÷65° отклонялась от нормали в сторону источника, следуя за направлением паров, на углы от нескольких градусов до 20°. Однако при углах падения, бóльших 65°, изменялся характер ориентации и кристаллики оказывались ориентированными преимущественно плоскостями (111). Ось ориентации [111] также следовала за направлением паров PbS и отходила от нормали к подложке на углы до 10—15°. Из протяженности дуговых рефлексов на электронограммах следовало, что ориентация не является строгой и рассеяние текстуры для обоих типов конденсатов может достигать ±15°.

Электронномикроскопические исследования подтверждают данные электронографирования. При микроскопировании использовались кварцевые и угольные слепки со слоев (ранее мы с успехом применяли также слепки из окиси алюминия). На рис. 4 и 5 приведены микрофотографии со слепков, сделанных со слоев, в которых, по данным электронографирования, кристаллики были ориентированы либо гранью куба параллельно подложке, либо так, что плоскости (200) кристаллов составляли небольшой угол с поверхностью стекла. Из рассмотрения этих снимков следует, что кристаллики действительно расположены беспорядочно по азимуту и имеют ориентацию в соответствии с данными электронографирования. Подсчет числа кристалликов, расположенных на известных площадях

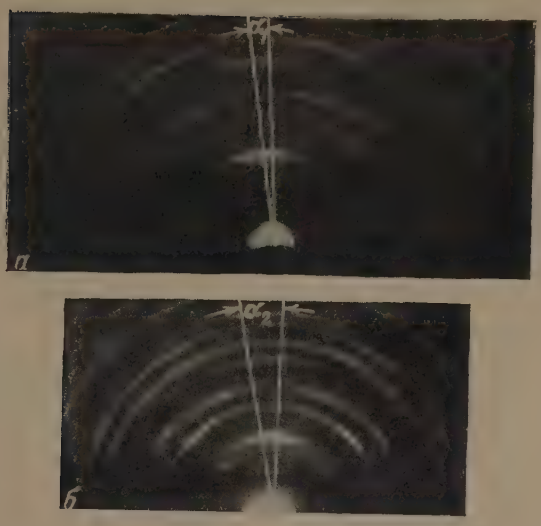


Рис. 2. Определение углов между осевым рефлексом и вертикалью на электронограммах (*а* и *б*), полученных при повороте образца в своей плоскости на 90°

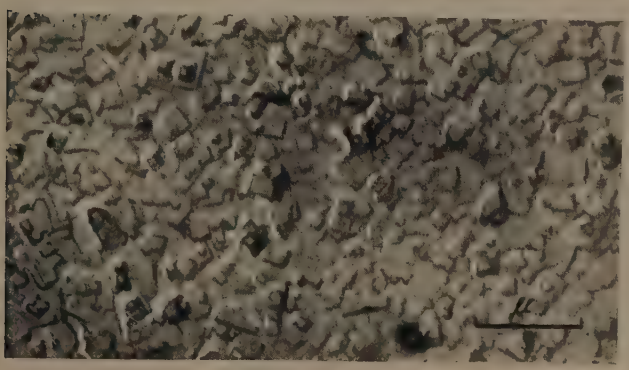


Рис. 4. Микрофотография ориентированного слоя PbS. Ось ориентации [200] перпендикулярна подложке. Увеличение 15 000×

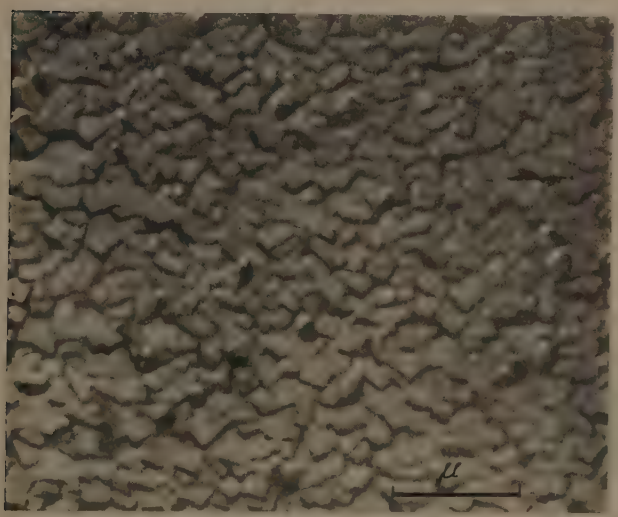


Рис. 5. Микрофотография ориентированного слоя PbS. Ось ориентации [200] наклонена к подложке. Увели-

К докл. А. М. Решетникова (стр. 680—686)

Рис. 6. Форма и размеры частиц Sb_2S_3, из которых формируются слои в результате испарения при различных давлениях азота; 6700×

микрофотографий, позволил установить, что слои состоят на 50% из кристаллов размером в 0,1—0,2 μ и на 30—40% из кристалликов от 0,2 до 0,3 μ. Кристаллики размером свыше 0,3 μ встречаются редко.

Слои, имеющие зеркальную поверхность, как показали наши опыты, состояли из кристалликов, ориентированных плоскостями куба параллельно подложке. В «металлических» слоях с матовой поверхностью кристаллики либо имели ориентацию плоскостями (111) параллельно подложке, либо ось ориентации [200] отклонялась от нормали к стеклу.

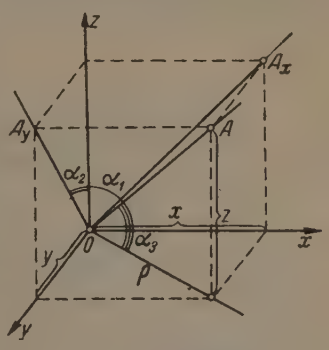


Рис. 3. Определение угла наклона оси ориентации

Проводимость ориентированных сублиматов PbS была в несколько раз выше, чем проводимость неориентированных осадков. Определение знака носителей по термо-э. д. с. показало, что слои первого типа, в которых кристаллики ориентированы плоскостью куба параллельно подложке, обычно обладают проводимостью *n*-типа; слои второго типа — матовые, как правило, имели проводимость *p*-типа. Прогрев в вакууме слоев с проводимостью *p*-типа сопровождается при достижении температуры 60—80° падением величины термо-э. д. с., переходом ее через нуль и изменением знака термо-э.д.с. на обратный (рис. 6). Последнее отвечает появлению проводимости *n*-типа, сохраняющейся, если охлаждение образца проводить в вакууме. Этот процесс оказывается полностью обратимым. При напуске воздуха образец снова становится дырочным полупроводником. Существенно отметить, что проводимость слоев изменяется пропорционально абсолютному значению термо-э. д. с. и имеет минимальную величину при прохождении термо-э.д.с. через нуль. Проведенные опыты указывают на влияние адсорбированного кислорода на характер проводимости слоев PbS этого типа, имеющих большую свободную поверхность.

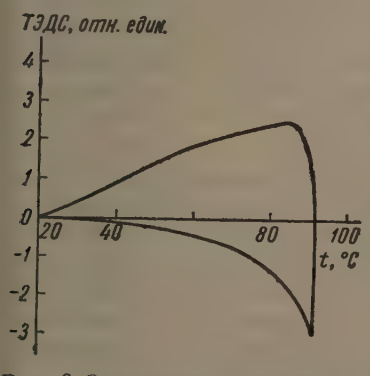


Рис. 6. Зависимость термо-э.д.с. от температуры прогрева слоя, находящегося в вакууме

Со структурой исходных сернисто-свинцовых сублиматов связана также и чувствительность получающихся в результате их активации фотосопротивлений. Она оказывается большей у фотосопротивлений, изготовленных из сублиматов с большей свободной поверхностью, т. е. когда первичные слои состоят из кристалликов, ориентированных плоскостями (111) параллельно подложке, или когда ось ориентации [200] кристалликов отклоняется заметно от нормали к стеклу.

Цитированная литература

1. Evans D. M., Wilman H., Acta Grystallogr., **5**, 731 (1952).
2. Wilman H., Proc. Phys. Soc., **60**, 117 (1948).
3. Пинскер З. Г., Дифракция электронов, стр. 215.— Изд. АН СССР, 1949.
4. Burgers W. G., Dippel C. Y., Physica, **1**, 549 (1934).
5. Румш М. А., Зимкина Т. М., Вестн. Ленингр. ун-та. Сер. физ. и химии, **11**, 33 (1956).

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР

Т. XXIII, № 6 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1959

Р. Я. БЕРЛАГА

СТРУКТУРА И ФОТОЭЛЕКТРИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА СЕРНИСТО-СВИНЦОВЫХ СЛОЕВ

Введение

В работе [1] в 1946 г. впервые отмечена способность слоев сернистого свинца генерировать электродвижущие силы при освещении. Слои получались возгонкой сернистого свинца в вакууме и подвергались специальной обработке: сначала нагревались до 250°, затем быстро охлаждались. При этом к слою прикладывалось напряжение. После такой обработки при освещении инфракрасным светом (с $\lambda = 1 \div 3{,}5\ \mu$) между электродами возникали фото-э. д. с. Это, по мнению авторов, обусловлено диффузией ионов кислорода в направлении приложенного напряжения, в результате которой на границах зерен образуются ориентированные потенциальные барьеры.

Нам [2, 3] удалось наблюдать фото-э. д. с. в слоях сернистого свинца, не подвергавшихся какой-либо обработке, вызывающей направленность свойств слоя. Слои наносились на стеклянные подложки, нагретые до 240—250° испарением PbS в вакууме порядка 10^{-4}мм рт. ст., фото-э. д. с. у свежеизготовленных слоев была порядка тысячных долей вольта. После прогревания образцов до температуры 500—600° на воздухе фото-э.д. с. значительно возрастала, достигая в некоторых образцах величины 3 V.

Фото-э. д. с. обнаружена также в случаях испарения PbS в атмосфере водорода и углекислого газа при давлениях $10^{-2} \div 10^{-1}$ мм рт. ст. и очувствления в этих газах. При этом для образцов, очувствленных в водороде, фото-э. д. с. достигала величины $5 \cdot 10^{-2}$ V, а для образцов, очувствленных в углекислом газе, 1,2 V. При испарении и очувствлении PbS в атмосфере азота сколько-нибудь заметная фото-э. д. с. не наблюдалась.

У слоев, не подвергнутых температурной обработке, знак фото-э. д. с. не зависел от направления светового луча и определялся направлением молекулярного пучка (на краях образцов, расположенных непосредственно над испарителем, в большинстве случаев наблюдался положительный полюс). После температурной обработки наблюдалась ярко выраженная зависимость величины и знака фото-э. д. с. от направления светового потока. Некоторые слои при освещении со стороны слоя и со стороны стеклянной подложки давали фото-э. д. с. противоположного знака. В некоторых случаях изменение величины и знака фото-э. д. с. можно было получать при изменениях угла падения лучей. При этом удавалось выделить направления светового потока — направления инверсии, — по обе стороны от которых фото-э. д. с. имеет разные знаки и возрастает по мере удаления от них.

Электронографическое изучение структуры фотовольтаических слоев сернистого свинца показало, что все они в той или иной степени обладали известной текстурой. В очень тонком слое — порядка нескольких сотен ангстрем — текстура отсутствовала. По мере роста толщины слоя возникала преимущественная ориентация кристалликов, связанная с направлением молекулярного пучка. Увеличение толщины слоя от сотен ангстрем до нескольких микронов сопровождалось повышением резкости дифракционных колец на электронограммах, полученных методом отражения, и

нижением фона. Это свидетельствует о появлении над поверхностью слоя есьма тонких и длинных выступов, что было подтверждено в работе [4] птическими и электронномикроскопическими наблюдениями. Оказалось, то поверхность слоя PbS покрыта игольчатыми кристалликами, оси которых направлены приблизительно параллельно молекулярному пучку. Длина кристалликов изменяется в довольно широких пределах: от 0,2 о 8 μ.

Методика исследования

В настоящей работе исследовались структура и фотоэлектрические войства сублимированных слоев PbS в зависимости от скорости напыления, толщины слоя и направления молекулярного пучка.

Образцы получались испарением PbS в воздухе, разреженном до 10^{-4} м рт. ст., на стеклянную подложку, нагретую до 250°.Скорость испарения егулировалась током накала испарителя, а толщина слоя — временем спарения при некотором постоянном токе накала. Полученные слои подвергались термической обработке путем нагревания до 550—600° на воздухе. Поверхности таких слоев исследовались при помощи лаковых и варцевых реплик. Для получения более наглядной картины использован метод профильных снимков. С этой целью PbS напылялся на медные проволочки диаметром в 60 μ и на стеклянные нити, которые исследовались электронном микроскопе.

Сравнение электронномикроскопических картин слоев, нанесенных на едную проволочку и стеклянную нить в совершенно одинаковых условиях, позволяет заключить, что материал подложки не сказывается ни на еличине, ни на форме игольчатых кристаллов.

Результаты экспериментов

Из электронномикроскопических снимков слоев одинаковой толщины, олученных при разных скоростях напыления, следует, что как величина, ак и форма игольчатых образований на поверхности слоя изменяются с зменением скорости напыления: с увеличением скорости напыления размеры иголок увеличиваются как в высоту, так и в ширину.

На рис.1, *1*, *2*, *3* приведены электронномикроскопические снимки зависимости структуры от скоростей напыления для слоев, не подвергавшихся температурной обработке. Начиная с некоторой скорости напыления, на игольчатых образованиях начинают расти новые иголочки (рис. 1, *2*). Слои одинаковой толщины, полученные при разных скоростях напыления, отличаются и по внешнему виду. В случае быстрого напыления (поверхность покрыта большими иглами) слои получаются матовыми с бархатистым отливом, в случае медленного (поверхность покрыта малыми иглами)— слои имеют металлический, даже зеркальный блеск.

В результате прогревания слоев на воздухе до температуры 600° мелкие иглы разрушаются, оставляя на поверхности небольшие выступы. Поверхности крупных игл, покрытые мелкими игольчатыми образованиями, сглаживаются, острия их как бы оплавляются (рис. 1, *4*, *5*, *6*). Из исследований слоев при помощи реплик следует, что размеры ячеек, из которых состоит поверхность, с увеличением скорости напыления увеличиваются.

Сопоставление результатов электронномикроскопических исследований различных слоев с их фотоэлектрическими свойствами позволяет сделать заключение, что слои с более развитым рельефом (покрытые более крупными иглами) имеют, как правило, большую фото-э. д. с. Обнаружена зависимость формы и величины иголочек на поверхности слоя и фотоэлектрических свойств от толщины слоя. Поверхности слоев толщиной менее 1 μ, не подвергавшихся температурной обработке, покрыты мелкими выступами размерами порядка 0,1 μ, отстоящими довольно далеко один от другого

(иногда на 10 μ). По мере увеличения толщины слоя число и размеры игл увеличиваются, расстояния между ними уменьшаются. При этом возникает преимущественная ориентация, направление которой зависит от направления молекулярного пучка. Из-за направленности последнего главным образом развиваются лишь те кристаллики первоначально неориентированного слоя, которые оказываются ориентированными гранями максимальной скорости роста перпендикулярно к пучку.

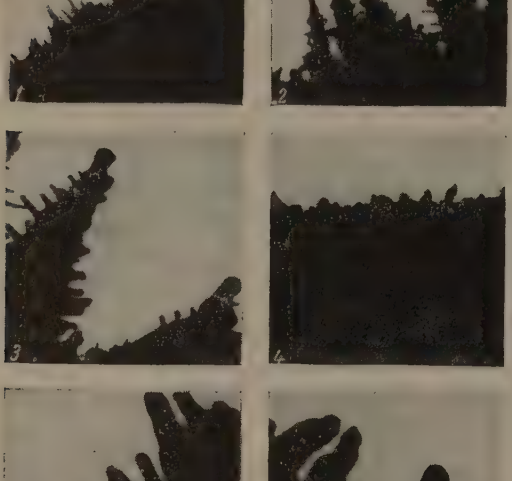


Рис. 1: *1* — Непрогретый слой. Ток накала испарителя $I_н = 10$ А; *2*— Непрогретый слой. $I_н = 16$ А; *3* —Непрогретый слой. $I_н = 20$ А; *4* — $I_н = 12$ А. Слой прогрет до 600°; *5*.—$I_н = 16$ А. Слой прогрет до 600°; *6* — $I_н = 20$ А. Слой прогрет до 600°

Зависимость фото-э. д. с. от толщины слоя представлена на рис. 2: максимум фото-э. д. с. наблюдается при толщине слоя около 1 μ. Фотопроводимость так же возрастала с увеличением толщины слоя до максимума при 1 μ, а затем падала (рис. 3). При слабом стирании зеркального поверхностного слоя ваткой или мелким наждаком фото-э. д. с. и фотопроводимость уменьшаются. В случае слоев с бархатистым отливом слабое стирание поверхностного слоя приводит сначала к некоторому увеличению фото-э. д. с. и фотопроводимости; при дальнейшем же уменьшении толщины слоя наблюдается уменьшение как фото-э. д. с., так и фотопроводимости. По-видимому крупные иглы на поверхности препятствуют попаданию света на мелкие иглообразные выступы, расположенные между ними. Уменьшение их размеров путем стирания вызывает увеличение фото-э. д. с. и фотопроводимости. Дальнейшее утончение слоя приводит к исчезновению фотоэлектрических свойств.

Исследовалась зависимость рельефа и фотоэлектрических свойств слоев от направления молекулярного пучка. Для этого напыление образцов производилось одновременно на восемь стеклянных подложек, помещенных в специальный объектодержатель. Молекулярный пучок падал на различные подложки и на различные места одной и той же подложки под разными углами. Направление игольчатых образований, определенное из электронномикроскопических снимков, совпадало в пределах погрешности с направлением, полученным из вычислений, молекулярного пучка в данном месте подложки.

Исследовалась зависимость рельефа от направления молекулярного пучка на горизонтально расположенных и наклоненных к горизонту под углами 45° и 60° подложках. Во всех случаях иглы следуют за направлением молекулярного пучка. Реплики, полученные с таких слоев, также различны: в случае подложки, наклоненной к горизонту под углом 60°, величины отдельных ячеек больше.

При нагревании слоев рельеф поверхности изменяется, наблюдаются отклонения иголочек в ту либо иную сторону от первоначального положе

ния. Возможно, что это явление связано с образованием в процессе нагре-вания продуктов соединений PbS, постоянная решетки которых отличает-ся от постоянной решетки PbS.

В фотоэлектрических свойствах слоев, напыленных под разными угла-ми, также можно заметить различие. В не подвергнутых температурной об-

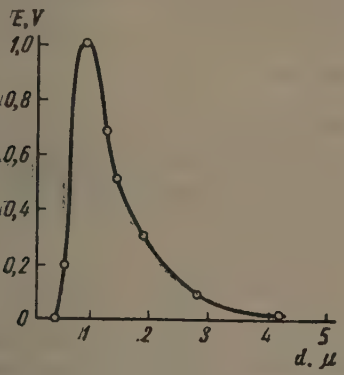


Рис. 2. Зависимость фото-э.д.с. от толщины слоя

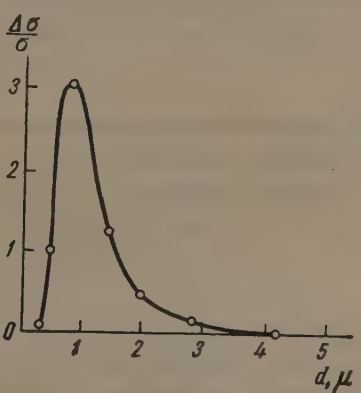


Рис. 3. Зависимость фотопроводимости от толщины слоя

работке слоях, напыленных на горизонтальные подложки, фото-э. д. с. либо вовсе не наблюдалась, либо была очень малой — порядка тысячных и десятитысячных долей вольта. При напылении на подложки, располо-женные под углом 60° к горизонту, величина фото-э. д. с. возрастала по крайней мере на порядок (а иногда и больше).

После термической обработки слоев, напыленных под разными углами, фото-э. д. с. возрастала, и порядок ее величины был один и тот же незави-симо от угла напыления. Фотопроводимость при термической обработке возрастала. Зависимости ее от направления молекулярного пучка обнару-жить не удалось.

Выводы

Использован метод профильных снимков, дающий более наглядную картину о состоянии поверхности, чем реплики.

Полученные данные позволяют сделать первый шаг на пути установле-ния связи между поверхностной структурой и фотоэлектрическими свой-ствами слоев: слои, имеющие более крупные иглы, обладают бо́льшими фотоэлектродвижущими силами. Бо́льшие фото-э. д. с. имеют также слои, напыленные на подложки, расположенные под углом 60° к горизонту.

По внешнему виду снимков можно судить о том, подвергались ли слои очувствлению. Однако в интерпретации результатов встречается много трудностей и не всегда можно установить однозначную связь между струк-турой поверхности и фотоэлектрическими свойствами: имели место, на-пример, случаи, когда слои с разными по величине и форме иглами обла-дали одинаковыми фото-э.д.с.

Автор благодарен М. И. Руденок и дипломантам Н. Воронковой и З. Пиотрович за помощь, оказанную в настоящем исследовании.

Автор пользуется случаем, чтобы выразить благодарность А. А. Лебе-деву за обсуждение результатов и интерес к работе.

Цитированная литература

1. Starkiewicz J., Sosnowski L., Simpson O., Natura, 158, *4001*, 28 (1946).
2. Берлага Р. Я., Румш М. А., Страхов Л. П., Ж. техн. физ., 25, 11 (1955).
3. Берлага Р. Я., Румш М. А., Страхов Л. П., Радиотехника и электроника **11**, 3 (1957).
4. Берлага Р. Я., Руденок М. И., Страхов Л. П., Ж. техн. физ., **26**, 1 (1956).

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР

Т. XXIII, № 6 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1959

А. М. РЕШЕТНИКОВ

ЭЛЕКТРОННОМИКРОСКОПИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ ТОНКИХ ПЛЕНОК СЕРНИСТОЙ СУРЬМЫ, ПОЛУЧЕННЫХ ИСПАРЕНИЕМ В ВАКУУМЕ И В АТМОСФЕРЕ АЗОТА ПРИ ДАВЛЕНИЯХ НИЖЕ 4 мм рт. ст.

Введение

В последние годы сернистая сурьма (в виде тонких слоев) находит все большее применение как фотопроводящий материал для мишеней телевизионных передающих трубок. Слои сернистой сурьмы получают испарением в вакууме и в атмосфере инертного газа при небольших давлениях (1—4 мм рт. ст.).

Структура и физические свойства тонких пленок, получаемых в результате вакуумного испарения, изучались в ряде работ. В работе [1] на основании рентгеноструктурного и электронографического исследований указывается, что слои имеют аморфную структуру или, по крайней мере, состоят из кристалликов очень малого размера. Татаринова [2] в результате тщательного электронографического исследования пленок сернистой сурьмы, полученных испарением на целлулоидные подложки, выяснила, что такие пленки имеют аморфную структуру. Влияние температуры подложки на структуру слоев сернистой сурьмы, а также влияние нагрева этих слоев на воздухе, было изучено в работе [3]. В работе подтверждается, что в результате испарения в вакууме на стекле образуются гладкие аморфные пленки.

Второй способ получения фоточувствительных слоев — испарение на подложку в атмосфере инертного газа — также широко используется при изготовлении телевизионных передающих трубок. Однако структура слоев, образующихся при таком способе их получения, а также сам процесс формирования слоев еще далеко не изучены, и в литературе нет прямых данных по этому вопросу. Ниже приводятся результаты электронно-микроскопического изучения структуры пленок Sb_2S_3, полученных конденсацией из паров в атмосфере азота при давлениях ниже 4 мм рт. ст., а также при испарении в вакууме.

Получение слоев сернистой сурьмы и методика их исследования

Для получения тонких пленок сернистой сурьмы в атмосфере азота и в вакууме была использована установка, принципиальная схема которой показана на рис. 1. Рабочая часть установки (обведена пунктиром) откачивалась насосами — ротационно-масляным *1* и диффузионно-масляным *2* до вакуума 10^{-5} мм рт. ст. и с целью обезгаживания стеклянных стенок прогревалась при температуре 100—120° в течение 1 ÷ 1,5 час. Более высокую температуру обезгаживания нельзя было дать из-за термической неустойчивости лаковых пленок, на которые конденсировалась сернистая сурьма. При испарении на другие подложки обезгаживание стенок производилось при температуре 400—450°. После охлаждения обезгаживаемой части установки последняя перекрывалась от диффузионного насоса краном *5* и в нее напускался азот из баллона *12*. Дав-

ление азота до 0,2 мм рт. ст. контролировалось ртутным манометром *10* с ошибкой, не превышающей $\pm 10\%$. Давления ниже 0,2 мм рт. ст. контролировались термопарным манометром *8*.

Испарение сернистой сурьмы производилось из кварцевой лодочки, нагреваемой нихромовым подогревателем *6* пропусканием через него переменного тока 5 А, что соответствовало температурам 500—550°. При испарении сернистая сурьма конденсировалась на тонкие лаковые (цел-

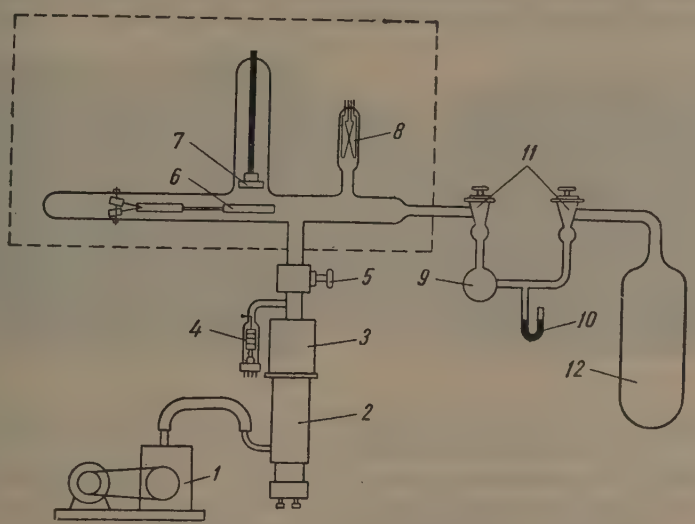


Рис. 1. Принципиальная схема вакуумной установки для получения тонких пленок: *1* — ротационно-масляный насос. *2* — диффузионно-масляный насос, *3* — ловушка с жидким воздухом, *4* — манометрическая лампа ЛМ-2, *5* — вакуумный кран, *6* — испаритель, *7* — держатель предметных сеток, *8* — манометрическая лампа ЛТ-2, *9* — мерный объем, *10* — ртутный манометр, *11* — краны, *12* — баллон с азотом

лулоидные) подложки, свежие сколы кристаллов каменной соли, край проволочки предметной сетки и подложки, представляющие собой тонкие поликристаллические слои двуокиси олова на стекле. Основное же количество пленок было приготовлено на лаковых подложках, как наиболее удобных для исследования.

Лаковые подложки толщиной 0,01÷0,03 μ приготовлялись по широко известному в литературе методу [4—6] на поверхности стеклянных пластинок. Кусочки их размером 3×3 мм размещались на предметные сетки, вставлялись в специальную оправку *7* (рис. 1) и вносились в вакуумную установку для нанесения на них слоя сернистой сурьмы.

Слои, нанесенные на проволочки предметной сетки или на лаковые подложки, сразу же после их образования переносились в микроскоп для исследования. Слои, конденсируемые на других подложках, могли быть изучены в микроскопе только после их отделения от подложки. От кристалла каменной соли пленки сернистой сурьмы отделялись в дистиллированной воде (растворением соли). Слои, полученные на подложках из двуокиси олова, отделялись при помощи лака и желатины [5]. Пленки приготовлялись при различных давлениях и температурах азота и различных температурах испарения.

Результаты исследований

При испарении сернистой сурьмы на лаковую подложку в вакууме образуются гладкие пленки, имеющие аморфную структуру [2]. Такую же структуру имеют и пленки, сконденсированные в аналогичных усло-

виях на поверхности свежего скола монокристалла NaCl и поликристаллических подложках двуокиси олова.

При конденсации паров сернистой сурьмы в атмосфере азота структура пленок получается различной, в зависимости от давления газа. В работе пленки получались при следующих давлениях азота: 4; 2; 1; 0,5; 0,2; $8 \cdot 10^{-2}$; $3 \cdot 10^{-2}$; $1 \cdot 10^{-2}$; $5 \cdot 10^{-3}$ и $1 \cdot 10^{-3}$ мм рт. ст.

При давлениях 4 и 2 мм рт. ст. получаются пленки, имеющие шероховатую рыхлую структуру. Пленки состоят из маленьких хлопьев, представляющих собой цепочки сернистой сурьмы (рис. 2). Хлопьевидная

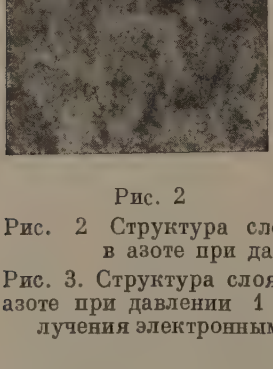


Рис. 2

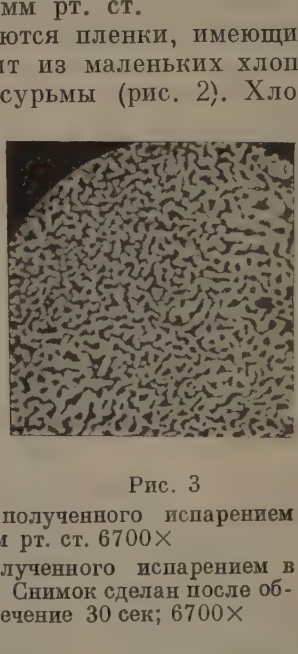


Рис. 3

Рис. 2 Структура слоя Sb_2S_3, полученного испарением в азоте при давлении 2 мм рт. ст. 6700×

Рис. 3. Структура слоя Sb_2S_3, полученного испарением в азоте при давлении 1 мм рт. ст. Снимок сделан после облучения электронным пучком в течение 30 сек; 6700×

структура конденсата получается и в случае испарения сернистой сурьмы на край предметной сетки и подложку из двуокиси олова. Структура пленок устойчива и не меняется под влиянием электронной бомбардировки.

Пленки, конденсированные при давлении 1 мм рт. ст., имеют мелкодисперсную структуру, напоминающую структуру пленок, полученных при давлениях 2 и 4 мм рт. ст. Однако хлопьевидность структуры менее выражена. Под действием электронного пучка структура некоторых пленок изменяется, причем эти изменения проходят довольно быстро, так что за ними не всегда удается проследить, а тем более сфотографировать. После воздействия электронного пучка в течение 10÷12 сек структура становится стабильной, а пленка оказывается составленной из маленьких (0,3÷0,5 μ) каплеобразных частиц неправильной формы (рис. 3).

При давлениях азота, составляющих 0,5 мм рт. ст. и ниже, получаются гладкие слои, не имеющие, как правило, заметной структуры (рельефа), которую можно было бы обнаружить в электронном микроскопе при увеличении 8000×. Под влиянием электронного пучка в этих пленках нередко появляются трещинки, разделяющие их на ряд полос или участков. Форма трещин чаще всего зигзагообразная (рис. 4, *б*). Ширина их не более 0,1 μ. Образование щелей под влиянием пучка происходит довольно быстро: в течение 20—30 сек вся пленка покрывается сеткой трещин. Характерно то, что легче всего подвергаются воздействию электронного пучка пленки, полученные при давлениях азота от 1,0 до 0,05 мм рт. ст., а при более низких давлениях получаются пленки, более устойчивые к такому воздействию. Так, например, пленки, полученные при давлениях $5 \cdot 10^{-3}$ и $1 \cdot 10^{-3}$ мм. рт. ст., несколько изменили свою структуру только после продолжительного облучения их интенсивным пучком электронов, причем появившиеся при этом трещинки разделили пленку на участки значительно меньших размеров, чем у предыдущих пленок. Аналогичная структура получается у слоев, сконденсированных на кристалл каменной соли и поликристаллические подложки двуокиси олова. Некоторое отличие

труктуре пленок, сконденсированных при давлениях 2 и 4 мм рт. ст. на SnO_2, от структуры пленок на лаковых подложках можно объяснить влиянием лака, наносимого на пленку с целью отделения ее от подложки. Отделение пленок при помощи лака и желатины приводило к образованию просветов в слоях размером 1,5—2μ (рис. 5). Образование просветов легко наблюдалось при помощи светового микроскопа МБИ-1. Субмикроскопическая же структура слоев оставалась неизменной.

Электронографические исследования показали, что все слои, полученные в азоте, — кристаллические, или становятся таковыми под влиянием

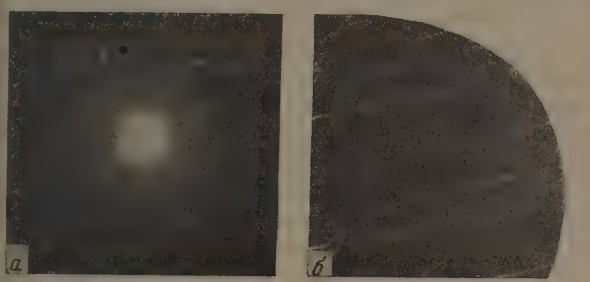


Рис. 4

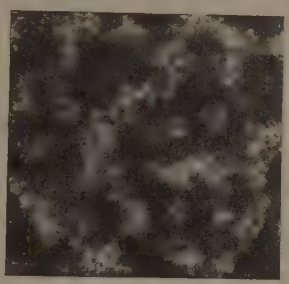


Рис. 5

Рис. 4. *а* — электронограмма, соответствующая микрофотографии *б*; *б* — структура слоя Sb_2S_3, полученного испарением в азоте при давлении 0,5 мм рт. ст. Снимок сделан после облучения электронным пучком в течение 30 сек. 6700×

Рис. 5. Структура слоя Sb_2S_3, сконденсированного на подложку SnO_2 при давлении азота 2 мм рт. ст.; 6700 ×

лектронного пучка после нескольких десятков секунд облучения. Размеры ристалликов в некоторых пленках настолько велики (при давлениях иже 0,5 мм рт. ст.), что от них, как и от монокристалла, получены точечные электронограммы (рис. 4, *а*). Трещины в пленках являются, вероятно, раницами кристаллов.

Приведенные выше результаты относятся к пленкам, сконденсированным на холодные (20÷25°) подложки при температуре испарителя, соответствующей 500÷550°. При конденсации на горячие (100°) подложки азоте, имеющем ту же температуру, получаются пленки, состоящие из олее мелких частиц. Дисперсность частиц, из которых формируются ленки, также увеличивается с уменьшением температуры испаряемого ещества.

О формировании тонких слоев в атмосфере азота

При испарении какого-нибудь вещества в высоком вакууме (когда лина свободного пробега молекул больше геометрических размеров аппаратуры) конденсация испаренного вещества происходит в результате олекулярного (или атомного) потока. Подавляющее большинство испаренных молекул не сталкивается с молекулами остаточного газа и имеет прямолинейное движение. Конденсат растет за счет пролетающих одиночных олекул (или атомов). В зависимости от рода подложки, температуры ее природы испаряемого вещества конденсат может быть кристаллическим или аморфным. Существенную роль при этом играет и толщина конденсируемого слоя. Например, у сурьмы [7] тонкие слои (до 150 Å) на лаковой одложке аморфны, а более толстые — кристаллические. При испарении ернистой сурьмы в вакууме на холодную подложку (20°) образуются морфные слои.

Механизм образования слоев сернистой сурьмы (как, вероятно, и других веществ), конденсируемых при испарении в атмосфере азота (или ругого инертного газа) при давлениях порядка 0,01÷4 мм рт. ст., прин-

ципиально отличается от механизма образования конденсата в вакууме. В этом случае испаренные молекулы Sb_2S_3 не имеют прямолинейного движения, а в результате столкновений с молекулами газа меняют не только направление своего движения, но также и скорость. Движение молекулы происходит по ломаной пространственной кривой. В результате такого движения молекулы сернистой сурьмы имеют возможность сталкиваться не только с молекулами азота, но также с другими молекулами сернистой сурьмы (при наличии определенной концентрации их в газовой фазе). При столкновении молекулы объединяются в группы или в небольшие кристаллики, перемещение которых подчиняется законам броуновского движения. Образовавшиеся группы молекул и маленькие кристаллики многократно сталкиваются не только с молекулами сернистой сурьмы, но также между собой и соединяются в цепочки или хлопьевидные агрегаты. Общее направление движения таких частичек, несмотря на их хаотическое перемещение в пространстве, все же направлено от испарителя в сторону более холодного конденсатора и стенок аппаратуры.

Строгое решение задачи о числе столкновений молекул Sb_2S_3 с молекулами азота и друг с другом, а также определение величины частичек, которые образуются при этих столкновениях, представляет собой довольно трудную проблему. Поэтому здесь будет приведена только грубо усредненная картина того, что происходит с испаряющимися в газовую среду молекулами. Для этого кратко рассмотрим следующие вопросы.

А. Скорость испарения. Скорость испарения, или число молекул, которые покидают испаряемое вещество и переходят в газовую среду, зависит от многих факторов, в частности, от температуры испарителя, поверхности испаряемого вещества и давления окружающего газа. При наличии в системе постоянного давления газа и постоянной площади испаряемого вещества скорость испарения будет зависеть только от температуры испарителя. Согласно данным работы [8], испарение сернистой сурьмы начинается при температуре около 600° и становится интенсивным при 800°. Рост скорости испарения с температурой соответствует экспоненциальному закону. В работе [8], однако, не указывается, при каких условиях наблюдается такая скорость испарения— в вакууме или при атмосферном давлении. В вакууме испарение сернистой сурьмы наблюдалось нами уже при 400°, а при 500÷550° было весьма интенсивным.

Б. Число возможных столкновений испаренных молекул с молекулами азота. При вылете из испарителя молекула Sb_2S_3 движется прямолинейно до столкновений с молекулами окружающего газа. Длина прямолинейного пути зависит, согласно молекулярно-кинетической теории [9], от давления газа. Так, при давлении азота в 1 мм рт. ст. средняя длина свободного пробега молекул составляет примерно 50 μ. Следовательно, в условиях опыта, в которых были получены описанные выше пленки, практически все испаряемые молекулы (при давлениях 1÷4 мм рт. ст.) на расстоянии не более 0,5 мм от испарителя начинали двигаться по закону броуновского движения, приобретая скорости и энергию, соответствующие молекулам азота. Каждая испаренная молекула при движении к конденсатору испытывает большое число столкновений с молекулами азота. При условии прямолинейного движения это число для давления 2 мм рт. ст. и расстояния испаритель — конденсатор, равного 20 мм, составляет 600. При условиях движения по броуновской траектории это число будет значительно больше его можно определить из выражения [10]:

$$n = \left(\frac{L}{\lambda}\right)^2, \qquad (1$$

где L — расстояние от испарителя до конденсатора, λ — средняя длина свободного пробега молекул. Для $p = 2$ мм. рт. ст. $\lambda = 25\,\mu$. Для нашего случая $n \approx 640000$ столкновений.

В. Время движения молекулы от испарителя до конденсатора может быть подсчитано, исходя из средней скорости молекул азота, длины свободного пробега и числа соударений. Для рассматриваемого случая время движения τ будет составлять примерно 0,1 сек.

Г. Концентрация молекул сернистой сурьмы в пространстве между испарителем и конденсатором. Поскольку время перемещения испаренной молекулы может быть довольно значительным, то в объеме сферы с центром в испаряемом веществе и радиусом L будет создаваться концентрация c молекул сернистой сурьмы, равная

$$c = \frac{N}{V}\tau, \qquad (2)$$

где V — объем сферы, τ — время движения испаренной молекулы до конденсатора, N — число молекул, испаряемых в единицу времени.

Считая концентрацию в рассматриваемом объеме равномерной (в первом приближении), можно определить давление паров сернистой сурьмы по формуле [9]:

$$p = \frac{cT}{9{,}656 \cdot 10^{18}}, \qquad (3)$$

где p измеряется в мм. рт. ст.

Д. Давлению p будут соответствовать определенная средняя длина свободного пробега и среднее число возможных столкновений молекул сернистой сурьмы друг с другом. Для p, равного 2 мм рт. ст., число возможных столкновений будет более полумиллиона. Считая, что большинство столкновений носит неупругий характер и что в результате этих столкновений молекулы объединяются в группы, получаем, что конденсируемые слои при этих условиях будут расти в основном за счет частиц размером 300÷400 Å. Для меньших скоростей испарения или для меньших давлений размеры частиц будут соответственно меньше. Нам удалось экспериментально, меняя давление или температуру, получить частицы различных размеров (рис. 6, см. оборот вклейки к стр. 674).

Из всего вышеизложенного становится очевидным, что формирование слоев может происходить в зависимости от давления азота и скорости испарения за счет прилетающих слипшихся хлопьев, маленьких частичек, групп молекул или одиночных молекул. Для большинства пленок, микрофотографии которых приводятся, конденсация слоев происходила: для давлений 2 и 4 мм рт. ст. за счет хлопьев и отдельных частичек, для давления 1 мм — в основном за счет частичек размером 100—300 Å; для давлений 0,5 мм и ниже рост пленок осуществлялся за счет частичек такого малого размера, что у толстых пленок даже не удавалось увидеть никаких признаков этих частиц. Только в очень тонких слоях удалось обнаружить и сфотографировать частицы, из которых формируются слои. При таком процессе формирования, даже при низких давлениях ($\sim$ 0,01 мм), получаются неплотные метастабильные слои, представляющие собой совокупность большого числа маленьких кристаллических зародышей, временно застывших в хаотическом порядке, которые под влиянием электронной бомбардировки быстро переходят в кристаллическое состояние.

Выводы

1. При испарении сернистой сурьмы в вакууме получаются слои, имеющие аморфную структуру независимо от рода подложки.

2. Формирование слоев сернистой сурьмы при испарении ее в атмосфере азота (при $p = 1 \div 4$ мм рт. ст.) происходит за счет отдельных прилетающих молекул, групп молекул и маленьких частичек (кристалликов), образующихся в газовой фазе (аналогичный вывод сделан в работе Шефталя

и др. [11], касающейся кристаллизации германия и кремния из газовой фазы). В результате этого образуются шероховатые рыхлые слои конденсируемого вещества. Структура слоя не зависит от рода подложки.

3. Электронный пучок оказывает воздействие на структуру тонких слоев Sb_2S_3, полученных при давлениях ниже 1 мм рт. ст., в результате чего пленки переходят в кристаллическое состояние.

Цитированная литература

1. Forgue S. V., Goodrich R. R., Cope A. D., R. C. A. Rev., **12**, 335 (1951).
2. Татаринова Л. И., Кристаллография, **2**, 260 (1957).
3. Верцнер В. Н., Горбунов Б. В., Оксман Я. А., Ж. эксперим. и теор. физ., **32**, 957 (1957).
4. «Электронная микроскопия» — Гостехтеоретиздат, М., 1954.
5. Сушкин Н. Г., Электронный микроскоп.— М.—Л., 1949.
6. Решетников А. М., Тр. НИИ МРТП СССР, 8(44), 30 (1957).
7. Татаринова Л. И., Тр. Ин-та кристаллогр. АН СССР, **11**, 104 (1955).
8. Шахов Г. Н., Металлургия сурьмы, стр. 5.— Цветметиздат, М.— Л., 1932.
9. Дэшман С., Научные основы вакуумной техники, стр. 25.— ИЛ, М., 1950.
10. Эйнштейн А., Смолуховский М., Броуновское движение (Сборник статей под ред. В. И. Давыдова).— 1936.
11. Шефталь Н. Н., Кокориш Н. П., Красилова А. В., Изв. АН СССР. Сер. физ., **21**, 146 (1957).

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР

Т. XXIII, № 6 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1959

А. А. ПЕТРОВА, Е. В. ЦВЕТКОВА и В. М. ГОРШУНОВА

ЭЛЕКТРОННОМИКРОСКОПИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ТОНКОДИСПЕРСНОГО КАРБОНИЛЬНОГО ЖЕЛЕЗА

I. РАЗРАБОТКА МЕТОДИКИ

В зависимости от условий, при которых протекает процесс разложения $Fe(CO)_5$, карбонильное железо может быть получено в двух качественно различных формах: 1) рыхлый, нитевидный порошок (так называемая «железная вата» — рис. 1), 2) порошок, частицы которого имеют сферическую форму ($\phi 0{,}5 \div 10\ \mu$) и характеризуются так называемой «луковичной» структурой (рис. 2—4).

В настоящей статье описывается разработанная нами методика электронномикроскопического исследования этих двух типов порошков.

Для прямого электронномикроскопического исследования был выбран метод диспергирования [1], заключающийся в нанесении капли спиртовой взвеси исследуемого образца на угольную пленку, предварительно нанесенную на объектную сеточку. Оптимальная концентрация взвеси порошка карбонильного железа подбиралась опытным путем. Методика получения тонкой бесструктурной угольной пленки — подложки была описана ранее [2—3]. Съемка ферромагнитного материала (карбонильное железо) производилась на электростатическом электронном микроскопе типа ЭСМ-50 [4].

Об электронномикроскопическом исследовании вторичной структуры карбонильного железа в литературе [5—7] встречаются только краткие сведения. Исследование вторичной структуры проводилось нами косвенным методом — путем изготовления и съемки на просвет двухступенчатой угольной реплики, позволяющей достаточно точно и контрастно воспроизводить структуру исследуемой поверхности. Техника выявления микроструктурного рельефа состояла, как обычно, из двух этапов [4, 8, 9]: 1) подготовки шлифа и его травления и 2) получения угольной реплики.

Сердечники ϕ 9,2 мм и высотой 19 мм, изготовленные прессованием порошка карбонильного железа с изолирующим диэлектриком (бакелит), шлифовались на микронаждачной бумаге, а затем полировались при помощи тонкой пасты ГОИ и порошка окиси алюминия. Окончательно подготовленный шлиф имел характерный металлический блеск и при просматривании в металлографический микроскоп при увеличении 650× не обнаруживал царапин.

Для выявления микроструктуры шлиф подвергался химическому травлению. При подборе травителя, четко выявляющего «луковичную» структуру карбонильного железа, были проверены наиболее распространенные травящие растворы, применяемые для химического травления стали [9]. Наиболее пригодным оказался 1÷2%-ный раствор азотной кислоты в спирте. Продолжительность травления составляла 30 сек.

По аналогии с ранее разработанной [10] методикой протравленная поверхность шлифа заливалась вначале 1,5 %-ным, а затем 10%-ным раствором коллодия в амилацетате. Высохшая толстая пленка коллодия снималась пинцетом после надреза лезвием кромки сердечника. Затем на контактную сторону коллодия напылялся в вакууме уголь.

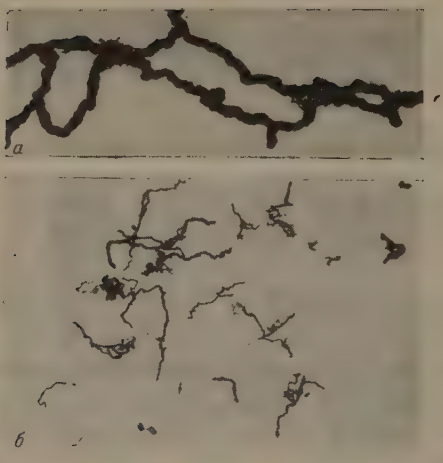


Рис. 1

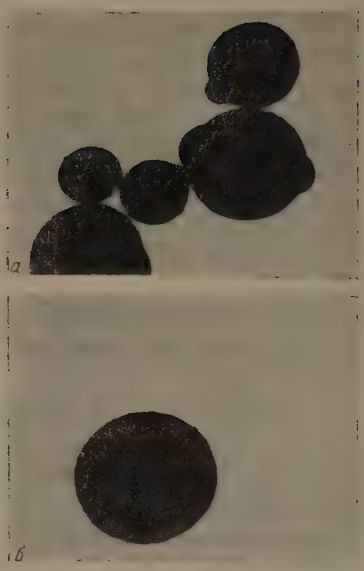


Рис. 2

Рис. 1. Электронные микрофотографии нитевидного карбонильного железа; 6000 ×

Рис. 2. Электронные микрофотографии карбонильного железа типа КЖ: *а* — одиночные и конгломерированные частицы, *б* — одиночная частица; 3000×

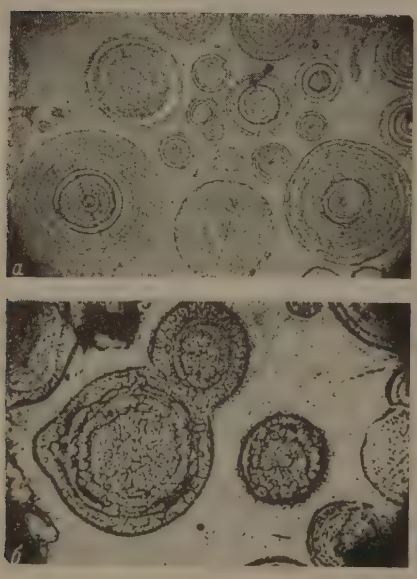


Рис. 3

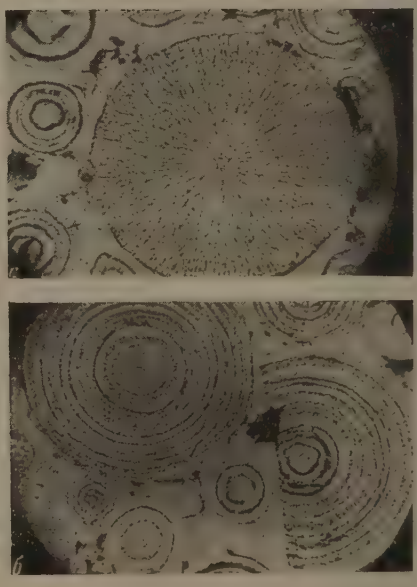


Рис. 4

Рис. 3. Электронные микрофотографии карбонильного железа типа КЖ: *а* — с четко выраженной «луковичной» структурой, *б* — с нарушенной «луковичной» структурой; 3000×

Рис. 4. Электронные микрофотографии карбонильного железа типа КЖ: *а* — с «безлуковичной» структурой, *б* — осколок частицы; 3000 ×

Полученная двойная пленка (коллодий — уголь) разрезалась на квадратики со стороной 3—4 мм, которые помещались в чашечку Петри, наполненную амилацетатом. При этом коллодий растворялся, а угольная пленка вылавливалась на объектные сеточки.

При электронномикроскопическом исследовании вторичной структуры карбонильного железа были обнаружены четыре качественно различных сорта частиц: 1) с четко выраженной «луковичной» структурой (рис. 3, *а*) 2) с частично нарушенной «луковичной» структурой (рис. 3, *б*), 3) с «безлуковичной» структурой (рис. 4, *а*), 4) осколки частиц (рис. 4, *б*).

Было также установлено, что частицы карбонильного железа представляют собой единичные многослойные частицы сферической формы или отдельные конгломераты, у которых формирование слоев шло вокруг нескольких кристаллитов железа одновременно.

Цитированная литература

1. Фриммер А. И., Заводск. лаборатория, **20**, 686 (1954).
2. Bradley D. E., Brit. J. Appl. Phys., **5**, *2*, 65 (1954).
3. Петрова А. А., Почтарев В. И., Цветкова Е. В., Ж. физ. химии, **31**, 372 (1957).
4. «Электронная микроскопия». — Гостехтеоретиздат, М., 1954.
5. Delisle L., J. Metals, **1**, 228 (1943).
6. Taylor A., Soft Magnetic Materials for Telecommunications.— London, 1953.
7. Eisenkolb F., Die Neuere Entwicklung der Pulvermetallurgie.—Berlin, 1955.
8. Шрайбер Д. С., Изв. АН СССР. Сер. физ., **15**, 355 (1951).
9. Левин Е. Е., Микроскопическое исследование металлов.— Машгиз, М., 1955.
10. Петрова А. А., Вабель Я. И., Голубцов С. В., Сб. тр. НИИ.— Госхимиздат, вып. 1, 102, 1958.

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР

Т. XXIII, № 6 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1959

Д. В. ФЕТИСОВ, Ф. У. СПЕКТОР, В. И. МИЛЮТИН и К. К. РАСПЛЕТИН

О РАЗРЕШАЮЩЕЙ СПОСОБНОСТИ ЭЛЕКТРОСТАТИЧЕСКОГО ЭЛЕКТРОННОГО МИКРОСКОПА

Предельная разрешающая способность электростатического микроскопа (7÷8 Å), вычисленная с учетом дифракции электронов и сферической аберрации [1], в реальных условиях не достигается, поскольку разрешение микроскопа ограничивается другими факторами, в том числе аберрациями асимметрии, хроматической аберрацией и другими причинами. Тем не менее сферическая аберрация электростатических линз весьма значительна, по сравнению с аберрацией магнитных, и прогрессивно возрастает при относительно небольших отклонениях геометрических и электрических параметров линзы от оптимальных значений. Поэтому создание электростатического микроскопа с высоким разрешением прежде всего сводится к нахождению линз с минимальными аберрациями. Теоретическое решение этой задачи весьма сложно, поэтому оптимальную геометрию электростатических линз приходится подбирать экспериментально, либо измеряя разрешение микроскопа в целом в различных режимах его работы, либо сравнивая аберрации различных линз.

Нами было произведено исследование влияния асимметрии поля электростатических линз и всей оптической системы микроскопа на его разрешение, измерена сферическая аберрация электростатических линз и оценена роль пульсаций ускоряющего напряжения.

Асимметрия оптической системы

Нарушение осевой симметрии оптической системы электростатического микроскопа может быть вызвано неточностью изготовления и несоосностью отверстий электродов линз, а также несоосностью самих линз. При наличии загрязнений симметрия поля может нарушаться еще и полями зарядов этих загрязнений. Влияние этих факторов в электростатическом микроскопе сказывается сильнее, чем в магнитном, ввиду замедления электронов в центральной области линзы.

Следует отметить, что оптические параметры электростатической линзы почти исключительно определяются геометрией среднего электрода. Поэтому нами было проведено исследование влияния овальности отверстия среднего электрода объектива на разрешение. Для измерений использовался микроскоп ЭСМ-40 [2], специально приспособленный для этих целей, в котором замена объектива производилась без нарушения юстировки остальных узлов. Овальность отверстия среднего электрода оценивалась наибольшей разностью его диаметров $\Delta d = d_{max} - d_{min}$. Диаметры отверстий измерялись при помощи микроскопа УИМ-21 с точностью ± 1 μ. Разрешение определялось при помощи микрофотометра типа МФ-2 как наименьшее расстояние между двумя точками на микрофотографии коллоидного серебра. Для каждого значения Δd было сделано 20—30 снимков. При измерениях апертура изменялась в пределах $0{,}5 \div 0{,}8 \cdot 10^{-3}$ радиана.

Полученная зависимость показана на рис. 1, из которого видно, что по мере уменьшения овальности отверстия разрешение микроскопа улуч-

шается; однако после 60 Å (при $\Delta d = 3—4$ μ) оно остается постоянным и не зависит от дальнейшего уменьшения Δd, что свидетельствует об ограничении разрешения другими причинами. Тем не менее, результаты измерений позволяют вынести суждение о характере полученной зависимости и установить допуск для конструирования объективов с разрешением порядка 50 Å.

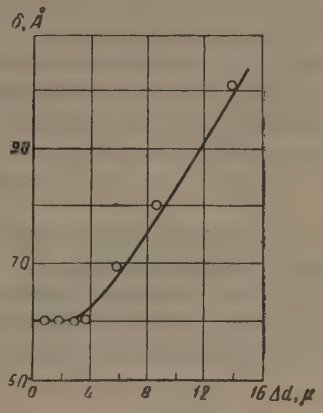


Рис. 1. Зависимость разрешения от овальности отверстия среднего электрода объектива

Для исследования влияния на разрешение соосности электродов объектива на этой же установке были проведены измерения разрешения при различных положениях верхнего и среднего электродов объектива относительно оси (рис. 2). Полученные зависимости представлены в виде характеристик $\delta = f(\Delta)$, где Δ — смещение оси электрода с оптической оси. Из рис. 2 следует, что главную роль играет юстировка среднего электрода, точность которой оценивается величиной порядка 0,01, мм что составляет примерно 0,4 % диаметра отверстия. Требования к юстировке верхнего электрода значительно ниже и составляют 0,02÷0,03 мм, или приблизительно 5 % от размера отверстия. Аналогичным методом исследовалась зависимость разрешения от несоосности линз микроскопа (рис. 3). Было показано, что в двухлинзовой оптической системе сдвиг проекционной линзы с геометрической оси на расстояние

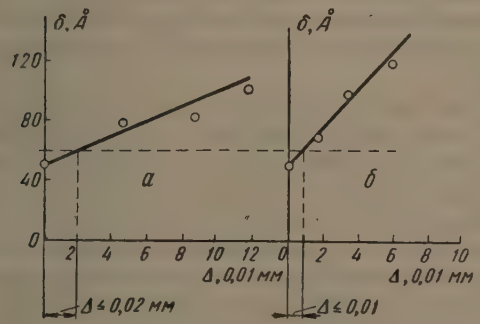


Рис. 2. Зависимость разрешения от нарушения соосности верхнего (*а*) и среднего (*б*) электродов объектива

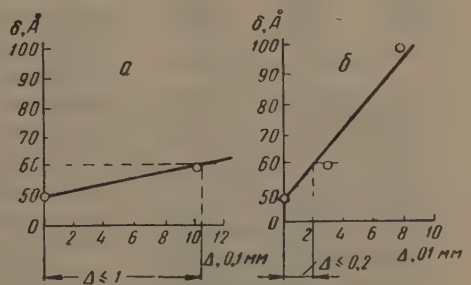


Рис. 3. Зависимость разрешения от несоосности линзы двухлинзовой (*а*) и трехлинзовой (*б*) оптической системы

до 1,0 мм практически не ухудшает разрешение в 50 Å, если осветительная система имеет достаточные степени перемещения.

Рис. 4. Внешний вид стигматора

В трехлинзовой оптической системе требования к соосности линз существенно возрастают: для обеспечения разрешения в 50—60 Å отклонение промежуточной линзы от соосности не должно превышать 0,2 мм. Однако и более высокая точность установки линз может оказаться недоста-

точной ввиду возникновения загрязнений; поэтому в процессе работы трехлинзовой системы желательна взаимная юстировка линз. Из этих же соображений в микроскопе с повышенным разрешением необходим стигматор. С целью выбора конструкции стигматора мы провели сравнение двух систем стигматоров — с электрическим (при помощи синусных потенциометров) и механическим управлением азимутальными поворотами поля. Сравнительные испытания показали, что стигматор с механическим управлением (рис. 4) более прост в изготовлении и более надежен в условиях эксплуатации.

Сферическая аберрация

Изучение сферической аберрации производилось по данным измерений увеличения двух металлических сеток, расположенных до и после исследуемой линзы [3]. Этим методом определялось фокусное расстояние, положение главной и фокальной плоскостей и константа сферической аберрации $C_{сф}$ для большого количества различных линз в зависимости от геометрических параметров и потенциала среднего электрода. Особый интерес представляет оценка величины $C_{сф}$ для режима работы линзы в качестве объектива, при котором фокальная плоскость линзы расположена вне области поля. Этот режим можно характеризовать условием:

$$h = f - \frac{\Delta}{2} > \frac{T}{2} + l + a$$

(обозначения разъяснены на рис. 5).

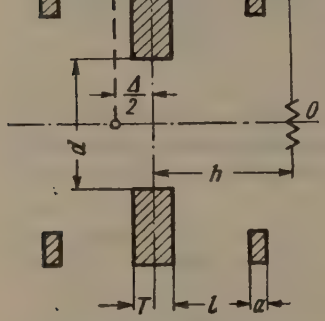


Рис. 5. Схема электростатического объектива: O — объект, h— расстояние от объекта до центра линзы, T—толщина среднего электрода, f — фокусное расстояние, a — толщина верхнего электрода, d — диаметр отверстия среднего электрода

Значения константы сферической аберрации для линз различной геометрии приведены в таблице.

Несмотря на большой разброс полученных значений, ясно видна тенденция к уменьшению $C_{сф}$ с ростом толщины среднего электрода. Следует отметить, что константа сферической аберрации уменьшается также с увеличением отверстия в среднем электроде; наименьшее значение $C_{сф}$ получено при больших отверстиях, в режиме, когда потенциал среднего электрода линзы несколько более отрицателен относительно катода. Весьма важно отметить также, что в этом оптимальном режиме главная плоскость линзы приближается очень близко к ее центру, а фокальная плоскость перемещается в сторону объекта, т. е. $f \approx h$.

T	d	$C_{сф}$	$f-\frac{\Delta}{2}$	T	d	$C_{сф}$	$f-\frac{\Delta}{2}$
1	1,66	178		5	2,07	170	
	2,04	108	⩾5		3,73	123	⩾7
	2,51	210			5,49	62	
3	1,91	56			6,47	40	
	3,02	191	⩾6	6	3,03	118	
	4,69	171			5,04	58	⩾7,5
					6,56	19	

Таким образом, путь, по которому нужно идти для построения объектива с малой сферической аберрацией, ясен: для этого нужно увеличивать толщину и отверстие среднего электрода и подавать на него несколько более отрицательный потенциал относительно катода.

В заключение следует упомянуть об опытах по оценке влияния пульсаций ускоряющего напряжения на разрешение. Для этой цели мы искусственно увеличили амплитуду пульсаций с 0,005 до 0,028% путем введения дополнительной нагрузки выпрямителя и уменьшения емкостей конденсаторов его фильтра. Разрешение микроскопа измерялось при электрической (делителем напряжения) и механической (перемещением объектива вдоль оси) фокусировке изображения. Оказалось, что при пульсациях 0,005% в обоих случаях достигалось предельное разрешение микроскопа (50 Å). При пульсациях порядка 0,02% разрешение микроскопа заметно ухудшалось и составляло при электрической фокусировке 110—120 Å, при механической — до 80—90 Å.

Дальнейшее улучшение разрешения связано с решением дополнительных вопросов, в частности с созданием электростатических линз повышенной пробивной прочности, усилением защиты прибора от переменных магнитных полей и введением необходимых юстировок оптической системы, а также с применением ловушек для улавливания масляных паров, чтобы исключить загрязнения диафрагм и особенно электродов линз.

Цитированная литература

1. Bruck H., J. Scientific Instruments and of Physics in Industry, 25, 1 (1948).
2. Милютин В. И., Янчевский К. М., Фетисов Д. В., Расплетин К. К., Изв. АН СССР. Сер. физ., **15**, 294 (1951).
3. Heise F., Optik, 5, H. 8/9, 479 (1949).

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР

Т. XXIII, № 6 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1959

Ю. В. ВОРОБЬЕВ

О ПРЕДЕЛЬНОЙ РАЗРЕШАЮЩЕЙ СПОСОБНОСТИ ЭМИССИОННОГО ЭЛЕКТРОННОГО МИКРОСКОПА

Теоретическая разрешающая способность иммерсионных объективов эмиссионных электронных микроскопов определяется формулой

$$\delta = k\frac{\varepsilon}{E}, \qquad (1)$$

где ε — наивероятнейшая начальная энергия электронов, E — напряженность электрического поля на катоде.

Величина коэффициента пропорциональности k меняется в зависимости от характера эмиссии и плоскости установки, в которой рассматривается изображение, в пределах 0,1÷0,3 [1].

Повышение разрешающей способности иммерсионного объектива наиболее простым путем достигается увеличением напряженности электрического поля на катоде; однако возникающий между электродами объектива разряд практически ограничивает разрешение существующих эмиссионных микроскопов порядком сотен ангстрем. Поэтому для дальнейшего улучшения качества изображения было предложено использовать в иммерсионном объективе апертурные диафрагмы малого диаметра. Так, в работе [2] был осуществлен магнитный иммерсионный объектив с апертурной диафрагмой диаметром 30 μ, что привело к резкому уменьшению коэффициента пропорциональности k в формуле (1) и позволило довести разрешающую способность до 250 Å. Однако возможности этого метода весьма ограничены из-за трудности хорошей юстировки диафрагм с малыми отверстиями и их подзарядки электронным пучком, что приводит к резкому и трудно контролируемому увеличению осевого астигматизма. Поэтому, наряду с совершенствованием старых путей улучшения качества изображения эмиссионных микроскопов нужно искать новые.

В настоящей работе мы покажем, что разрешающую способность эмиссионного микроскопа можно значительно повысить при помощи электронного зеркала, используемого как фильтр. Рассмотрим микроскоп, в котором после проекционной линзы перпендикулярно к оптической оси установлено плоское электронное зеркало, отбрасывающее изображение на экран (рис. 1). Если на зеркало подать малый, относительно катода, отрицательный потенциал, то оно будет отбрасывать на экран лишь электроны, покинувшие катод с малыми начальными энергиями, более же быстрые электроны будут поглощаться зеркалом и в формировании изображения на экране участвовать не будут.

В дальнейшем мы ограничимся исследованием случая термокатода. Пусть dN — количество электронов, исходящих в единицу времени из элемента катода df_0, находящегося на оптической оси системы. Пусть, далее, разброс этих электронов по энергиям и по направлениям будет равен $d\varepsilon$ и $d\alpha$ соответственно. Тогда, по закону Максвелла-Больцмана, имеем

$$dN = Ce^{-\frac{\varepsilon}{V_T}}\varepsilon\, d\varepsilon \sin 2\alpha\, d\alpha, \qquad (2$$

где α—угол начального наклона траектории к оси, V_T — наивероятнейшая энергия покидающих катод электронов (при температуре T). Допустим, что пучок этих электронов пронизывает элемент $df = 2\pi r dr$ плоскости изображения. Тогда через эту площадку в единицу времени проходит количество электронов, равное

$$dN = dj\ 2\pi r dr, \qquad (3)$$

где j — плотность тока на экране. Так как на электронное зеркало падают электроны после прохождения объектива и проекционной линзы,

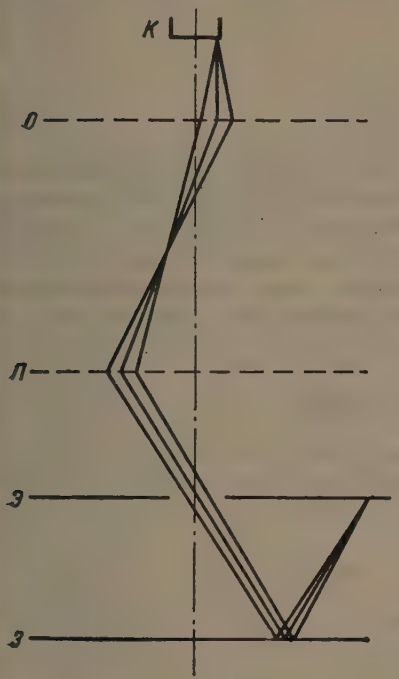


Рис. 1

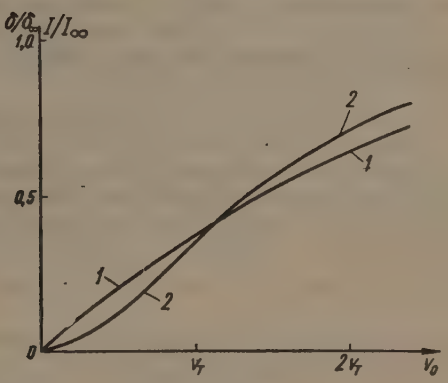


Рис. 2

Рис. 1. Оптическая схема прибора: K — катод, O — объектив, $П$ — проекционная линза, $Э$ — экран, $З$ — зеркало

Рис. 2. Зависимость разрешающей способности (*1*) и интенсивности изображения (*2*) от потенциала зеркала. δ_∞ и I_∞ — соответственно разрешение и плотность тока на экране в отсутствие зеркала

то электронные пучки имеют здесь очень малую апертуру; поэтому мы пренебрегаем собственными аберрациями электронного зеркала.

Расстояние вылетевшего из центра катода электрона от оси симметрии в плоскости изображения определяется формулой [3]

$$r = \frac{\varepsilon}{E} M \sin 2\alpha,$$

где M — увеличение; тогда

$$rdr = 2\frac{\varepsilon^2}{E^2} M^2 \sin 2\alpha \cos 2\alpha\, d\alpha,$$

откуда, исходя из закона сохранения числа частиц, получаем

$$dj = C' \frac{e^{-\frac{\varepsilon}{VT}} d\varepsilon}{\sqrt{\frac{\varepsilon^2}{E^2} M^2 - r^2}} \qquad \text{при} \quad r \leqslant \frac{\varepsilon}{E} M$$

и

$$dj = 0 \qquad \text{при} \quad r > \frac{\varepsilon}{E} M.$$

Если к поверхности зеркала приложен потенциал V_0 относительно катода, то в формировании изображения будут участвовать лишь электроны, у которых $\varepsilon < V_0$. Поэтому на кружок радиуса r в плоскости

изображения от элемента dj_0 катода будет попадать ток

$$I(r) = 2\pi \int_0^{V_0} \int_0^r dj\, dr\, d\varepsilon = C' \left\{ 1 + \left(1 + \frac{V_0}{V_T}\right) e^{-\frac{V_0}{V_T}} - \int_{\frac{\varphi_0}{V_T}}^{\frac{V_0}{V_T}} e^{-u} \sqrt{u^2 - \frac{\varphi_0^2}{V_T^2}}\, du \right\},$$

где

$$\varphi_0 = \frac{rE}{M}.$$

Если теперь принять за разрешение радиус кружка, на который падает 80% интенсивности, то расчет дает представленную на рис. 2 зависимость разрешающей способности от потенциала зеркала V_0. Из этих графиков, например, следует, что при плотности тока на катоде порядка 1 А см$^{-2}$ и увеличении 30 000 × изображение остается еще видимым на экране, когда $V_0 = 0{,}5\,V_T$; при этом разрешающая способность микроскопа возрастает примерно в семь раз.

Цитированная литература

1. Ву Цюань-де, Acta phys. Sinica, Пекинск. ун-т, **13**, 90 (1957).
2. Fert C., Simon R., C. r. Acad sci., **244**, 1177 (1957).
3. Воробьев Ю. В., Ж. техн. физ., **24**, 2269 (1956).

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР

Т. XXIII, № 6 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1959

Г. В. СПИВАК и В. И. ЛЮБЧЕНКО

О РАЗРЕШАЮЩЕЙ СПОСОБНОСТИ ИММЕРСИОННОГО ОБЪЕКТИВА ПРИ НАЛИЧИИ ЭЛЕКТРИЧЕСКИХ И МАГНИТНЫХ МИКРОПОЛЕЙ НА КАТОДЕ

Введение

В ряде предшествующих работ [1] применялись эмиссионные электронно-оптические системы для наблюдения доменов ферромагнетиков и сегнетоэлектриков и выявлялась структура электрических и магнитных микрополей. Эти поля относятся к классу «микролинз» модулирующих траекторию электронов, что и позволяет наблюдать соответствующие микроструктуры. К таким «микролинзам» относятся также микрогеометрия катода, поля «пятен», возникающие из-за вариации по поверхности катода работы выхода, неравномерная зарядка поверхности при ее недостаточной проводимости, локально распределенный у катода пространственный заряд и т. д. [2].

При использовании эмиссионной системы для выявления распределения эмиссионных центров по поверхности катода, «микролинзы» создают на катоде «псевдоконтраст» в картине эмиссии*. В других случаях, наоборот, желательно получить изображение самих микролинз, а не изучать закономерности электронной эмиссии, влияющие на контрастность этого изображения. При этом один тип микролинз может создавать псевдоконтраст по отношению к другим микролинзам. Так, шероховатости катода могут частично влиять на изображение контактных полей пятен и т. д.

Влияние макролинзы на контрастность изображения микролинзы

Для наблюдения микролинзы существенен вопрос о взаимосвязи между микро- и макролинзами в эмиссионных электронооптических системах. Дело в том, что для получения изображения необходим иммерсионный объектив, который обязательно содержит ускоряющее электрическое поле и фокусирующие электрическую и магнитную линзы. Эти внешние поля («макролинзы») могут в свою очередь оказывать влияние на контрастность картины «микролинз», т. е. иногда усиливать ее, а иногда ослаблять или даже совсем подавлять, так как движение электрона у катода происходит под действием суммарного поля.

Пусть электрическая микролинза характеризуется составляющей поля E_x; при этом действуют макрополя E_z и H_z. Тогда уравнения движения электрона имеют вид:

$$m\ddot{x} = eE_x - e\dot{y}H_z \tag{1}$$

$$m\ddot{y} = e\dot{x}H_z \tag{2}$$

$$m\ddot{z} = eE_z. \tag{3}$$

Умножая (2) на i и складывая с (1), имеем

$$m\ddot{u} = eE_x + eiH_z\dot{u}, \tag{4}$$

* За исключением того случая, когда сама микролинза является одновременно эмиссионным центром.

где

$$u = x + iy \quad \text{и} \quad \dot{u}_0 = \dot{x}_0 + i\dot{y}_0.$$

Приводим (4) к виду неоднородного дифференциального уравнения первого порядка и получаем:

$$\dot{u} = \varepsilon^{i\omega t}\left(-\frac{E_x}{iH_z}\varepsilon^{-i\omega t} + C\right), \tag{5}$$

где $\omega = \eta H_z$, $\eta = e/m$. Учитывая, что при $t = 0$, $\dot{u} = \dot{u}_0$, получаем $C = \dot{u}_0 + \frac{E_x}{iH_z}$.

Интегрируя (5) по t и полагая, что при $t = 0$ $u = 0$, находим значение константы интегрирования C_1:

$$C_1 = -\left(\dot{u}_0 + \frac{E_x}{iH_z}\right)\frac{1}{i\eta H_z};$$

следовательно,

$$u = \frac{iE_x t}{H_z} + \left(\frac{\dot{u}_0}{i\eta H_z} - \frac{E_x}{\eta H_z^2}\right)(\varepsilon^{i\omega t} - 1); \tag{6}$$

отсюда получаем для x и y

$$x = \frac{1}{\eta}\frac{E_x}{H_z^2}(1 - \cos\omega t) + \frac{1}{\eta H_z}(\dot{x}_0 \sin\omega t + \dot{y}_0 \cos\omega t - \dot{y}_0); \tag{7}$$

$$y = \frac{E_x}{H_z}t - \frac{1}{\eta}\frac{E_x}{H_z^2}\sin\omega t + \frac{1}{\eta H_z}(\dot{y}_0 \sin\omega t - \dot{x}_0 \cos\omega t + \dot{x}_0). \tag{8}$$

Решения (7) и (8) удовлетворяют начальным условиям ($t = 0$) $x = y = 0$, $\dot{x} = \dot{x}_0$ и $\dot{y} = \dot{y}_0$, кроме того, из них видно, что:

1) благодаря членам, содержащим $\dot{x}_0$ и $\dot{y}_0$, на изображении сказывается наличие начальных скоростей, влияющих на разрешающую способность системы, отображающей микролинзу E_x;

Наблюдение микролинз в различных комбинациях с макролинзами

Микролинзы	Макролинзы					
	магнитная				электростатическая	
	сильное маг. п.		слабое маг. п.			
	слабое эл. п.	сильное эл. п.	слабое эл. п.	сильное эл. п.	слабое эл. п.	сильное эл. п.
Электростатическая						
а) геометрические неоднородности (микрорельеф)	—	— +	— +	+	+	+
б) потенциальные неоднородности и локальные поверхностные заряды, контактные поля, домены и др.	—	—	— +	—	+	—
Магнитная (домены, магнитные неоднородности)						
а) легкое магнитное насыщение	—	—	— +	—	+	—
б) трудное магнитное насыщение	— +	— +	— +	— +	+	—

Примечание. Маг. п. — магнитное поле, эл. п. — электрическое поле.

2) если начальные скорости $\dot{x}_0$ и $\dot{y}_0$ невелики по сравнению со скоростью, задаваемой полем микролинзы E_x, то вначале рост H_z в большей мере сказывается на подавлении начальных скоростей, чем на подавлении поля E_x. Поэтому при увеличении H_z следует ожидать сначала улучшения качества изображения микролинзы, а лишь затем его подавления (при условии $H_z \gg E_x$). Следовательно, макролинза H_z модулирует контрастность и определяет возможность наблюдения микролинзы.

Различные мыслимые комбинации электрических и магнитных микролинз с макролинзами представлены в таблице. Знаком плюс или минус отмечено выявление или подавление соответствующей микролинзы макролинзой*. Заметим, что магнитная макролинза, естественно, всегда сочетается с ускоряющим электрическим полем.

Так как микролинзы могут отображаться при помощи термо-, фото- и вторичной эмиссии, электронного зеркала, электронооптической растровой системы и другими способами [3], то существенную роль должна играть не только кинетика, но и ширина пучка заряженных частиц, используемых в приборе. В общем случае важны параметры, определяющие величину η (электрона или иона), скорость, концентрацию (эффект объемного заряда) и угол падения частиц на изучаемую поверхность.

Разрешающая способность иммерсионного объектива в отсутствие микролинз на катоде

Задача об электронных траекториях [4] и разрешение иммерсионного объектива рассматривались рядом авторов при различных исходных предположениях. Брюхе [5], Рекнагель [6] и Арцимович [7] обратили внимание на то, что разрешение эмиссионных систем ограничено из-за широкой апертуры пучка, вступающего в ускоряющее поле катодной линзы. Широкий пучок, исходящий из точки катода, создает кружок рассеяния, размеры которого, отнесенные к катоду, и определяют разрешение системы. Воробьев [8] рассмотрел задачу отображения точек катода, находящихся вне оптической оси. Ширина потока, вступающего из катода в ускоряющее поле, задается веерообразным разбросом в точке эмиссии векторов начальных скоростей электронов. Предполагается, что угол α_0 между вектором начальной скорости и нормалью к катоду меняется от 0 до $\pi/2$.

Исходя из этих представлений, и была получена формула для разрешаемого расстояния δ при наличии «механического» диафрагмирования

$$\delta = \frac{2\varepsilon}{E_z} \sin\phi\,(1 - \cos\phi), \qquad (9)$$

где δ определяется начальной кинетической энергией ε [(eV), электрическим полем на катоде E_z и углом ϕ, под которым видна диафрагма, ограничивающая пучок. Численный коэффициент в формуле (9) меняется у разных авторов в зависимости от методики подсчета, в которой необходимо учесть не только разброс скоростей электронов по углам, но и спад интенсивности эмиссии с увеличением угла между вектором скорости и нормалью.

Симэн Тай-е [10], развивая исследования Сетье, рассмотрел с учетом релятивистской поправки объектив, содержащий магнитное и электрическое поле. Учет максвелловского распределения и влияние функции распределения фотоэлектронов на качество изображения рассмотрены Ву Цюань-де [11], подчеркнувшим, что разрешаемое расстояние должно быть на порядок меньше, чем определенное ранее [5—7]. Учет дифракции [6] приводит к уменьшению δ. Улучшение разрешения получается, сле-

* Знаки + и — дают качественную оценку ожидаемого результата, зависящего от относительной величины микро-и макрополей, и наличия тех или иных компонент микро-и макрополей. Однако заранее ясно, что сколь угодно сильное поле E_z не может подавить микролинзу — микрорельеф, ибо чем больше E_z, тем больше и поле микролинзы (у катода эквипотенциали повторяют его рельеф).

довательно, за счет: а) уменьшения ε, б) увеличения E_z и в) диафрагмирования.

Величина ε определена выбранным видом эмиссии. Увеличение E_z можно осуществить разными способами. В работе [12] описано устройство в виде четырехэлектродного объектива (катод и одиночная электростатическая линза с высоким потенциалом крайних электродов). Можно применить и пятиэлектродный объектив с дополнительной, по сравнению с [12], диафрагмой [13]. В обычном трехэлектродном объективе можно периодически подавать прямоугольный импульс напряжения, более высокого, чем стационарное, на время, меньшее времени развития вакуумного пробоя [14]. Можно, наконец, исключить в трехэлектродном объективе промежуточный фокусирующий электрод, обеспечив основную фокусировку за счет магнитной линзы [15—16].

Механическое диафрагмирование в кроссовере

Недавно был снова рассмотрен вопрос о разрешении [17]. В описанной там системе электроны сначала вступают в ускоряющее поле, которое не ширмуется цилиндром Венельта, а затем, проходя анодную диафрагму диафрагмируются в кроссовере и фокусируются магнитным полем.

Найденное экспериментально разрешение такой системы оказалось равным 250 Å, что превышает теоретическое значение в 2,5 раза.

Механическое диафрагмирование использовалось также в ряде работ последнего времени [18—20]. В частности, в [19] диафрагма варьировалась от 100 до 8 μ. Однако диафрагма столь малого диаметра, поглощая много электронов, сильно разогревается, засвечивает фотопластинку и потому является неудобной.

Увеличение светосилы иммерсионного объектива и диафрагмирование пучка электронов магнитным полем, действующим на катоде

В монтажной схеме Фер и Симона [17] магнитное поле фокусирует электроны после прохождения ускоряющего электрического поля. При этом сужение пучка катода создается действием электрического поля, а магнитное поле не сосредоточено на катоде. Авторы в своем рассмотрении учитывают влияние лишь электрического поля. С целью выяснения влияния на ширину пучка магнитного поля, сразу по выходе из катода искривляющего электронную траекторию, рассмотрим более общий случай, когда на катоде действуют оба поля: электрическое и магнитное.

Пусть электрон движется в однородных электрическом и магнитном полях, направленных по оси z. Катод находится в плоскости $z = 0$. После совершения n оборотов с радиусом $r = \frac{v_0 \sin \alpha_0}{\eta H_z}$ частица вновь приходит на силовую линию в точку с $z = z_n$. Примем, что после $z = z_n$ магнитное поле H_z уже не действует и дальнейшее движение происходит под влиянием лишь поля E_z. Будем отсчитывать t по времени движения от z_n (в электрическом поле), считая время достижения z_n равным $n\tau$, где τ — время одного оборота.

Движение по оси x определяется составляющей начальной скорости эмиссии, а по z — еще и ускорением от поля E_z. Пути, пройденные по осям x и z, равны, соответственно,

$$x = v_0 t \sin \alpha_0 \tag{10}$$

и

$$z = \dot{z}_n t + \frac{eE_z}{2m} t^2, \tag{11}$$

где $\dot{z}_n = v_0 \cos \alpha_0 + \frac{eE_z}{m} n\tau$. Используя (10), исключаем из [11] время

Вводя в (11) значение z_n, находим для z:

$$z = x\gamma \operatorname{ctg} \alpha_0 + \frac{eE_z}{2m} \frac{x^2}{v_0^2 \sin^2 \alpha_0}, \tag{12}$$

$$\gamma = \left(1 + \frac{eE_z n\tau}{mv_0 \cos \alpha_0}\right). \tag{13}$$

Как видно из (12), начиная от точки $z = z_n$, электрон движется по параболе, координаты вершины которой $x_в$ и $z_в$ определяются по (12) из условия, что при $x \to x_в$ $\frac{dx}{dz} \to \infty$:

$$x_в = -\gamma \frac{mv_0^2}{eE_z} \sin \alpha_0 \cos \alpha_0 \tag{14}$$

и

$$z_в = -\gamma^2 \frac{mv_0^2}{2eE_z} \cos^2 \alpha_0. \tag{15}$$

Соотношения (14) и (15) показывают, что задача в нашем случае, когда электрон вновь возвращается магнитным полем на ту же силовую линию, отличается от случая [5], рассмотренного в отсутствие «магнитной предыстории», наличием коэффициента γ.

Так как по направлению x скорость в однородных полях E_z и H_z не меняется, то

$$v \sin \alpha_{max} = v_0 \sin \phi_1, \tag{16}$$

где ϕ_1 — заданная механическим диафрагмированием апертура пучка, а α_{max} и полная скорость v определены в том месте, где завершается ускорение однородным электрическим полем. Используя далее тот же ход рассуждений, что и у Брюхе [5], мы получаем в качестве обобщения на случай $H_z \neq 0$ для δ

$$\delta_{H_z \neq 0} = \left(\frac{mv_0^2}{eE_z} - \frac{2v_0^2 n\tau}{v}\right)(1 - \cos \phi_1) \sin \phi_1. \tag{17}$$

Это соотношение отличается от

$$\delta_{H_z = 0} = \frac{mv_0^2}{eE_z}(1 - \cos \phi) \sin \phi \tag{18}$$

вторым членом, стоящим в первой скобке, и при $H_z = 0$ (17) переходит в (18). Ясно, что выражение(17) сохраняет смысл, пока

$$\frac{mv_0^2}{eE_z} \geqslant \frac{2v_0^2 n\tau}{v}.$$

Лучшее, по сравнению с (18), разрешение обусловлено именно наличием магнитного поля: электроны, совершив некоторое число оборотов, вновь собираются на оси, уже на некотором расстоянии от катода, где величина v_0/v_z, благодаря продольному ускорению, меньше ее первоначального значения на катоде.

Отметим, что оценка «магнитного диафрагмирования» по формуле (17) является приближенной, ибо принято, что все электроны, вышедшие из одной точки катода, после оборотов вновь соберутся в точке (это строго справедливо для электронов с одинаковыми v_z). Однако при отображении участков катода, примыкающих к оптической оси, при достаточном значении H_z должно быть заметным стремление всех электронов двигаться у катода вдоль магнитного поля. Это значит, что через механическую диафрагму при наличии H_z будет проходить значительно больше электронов, чем в отсутствие H_z.

Иными словами, магнитное поле, действующее непосредственно от катода, должно увеличивать светосилу электронноoптического иммерсионного объектива. При наличии такого магнитного поля можно еще дальше уменьшить апертуру пучка и улучшить, таким образом, разрешение без больших потерь на диафрагме.

Нахождение разрешающей способности иммерсионного объектива методом «прицельного попадания»

До сих пор рассматривалась эмитирующая точка катода и широкий пучок траекторий электронов, выходящих из нее. Вдали от катода траектории становятся почти прямыми. Создается впечатление, что электроны летят по прямым, касательным к реальным траекториям, из некоторой области, расположенной за катодом, где пучок касательных имеет минимальное поперечное сечение. Эта область интерпретируется как мнимый источник электронов. Вычисление ее диаметра и приводит при помощи геометрических представлений к соответствующим формулам для разрешения (9) и (17).

Более универсальным и удобным методом является рассмотрение эмиссионного микроскопа как анализатора, сортирующего электроны по некоторому признаку. В случае, когда на экране изображается распределение плотности эмиссии, таким признаком должна быть координата точки вылета электрона из катода. Объектив микроскопа должен анализировать электроны по признаку «точка вылета», не реагируя на все остальные различия. Однако следует отметить, что в действительности каждому значению «наблюдаемой», в данном случае — координате вылета электронов, должен соответствовать целый спектр ее значений на экране. Понятие «наблюдаемой», сформулированное Дираком [21], является весьма удобным для теории иммерсионного объектива. Идеальный прибор анализирует только ту наблюдаемую, для изучения которой он сконструирован; его разрешающая способность бесконечна. В отличие от идеального реальный прибор реагирует в какой-то степени и на посторонние эффекты. Совокупность идеальной наблюдаемой и побочных эффектов образует реальную наблюдаемую.

Идеальный иммерсионный объектив должен анализировать электроны по признаку «точки вылета» x_0. В реальном же объекте точка попадания зависит еще и от начальной энергии ε, угла вылета α_0 и условий пролета электрона в полях E_z и H_z.

Пусть $N = x_0 + f(\varepsilon, \alpha_0, E_z, H_z)$*. Все электроны, имеющие одинаковую величину $x_0 + f$, окажутся в одной и той же точке экрана, хотя они и могли вылететь из разных точек катода; точка N является изображением точки x_0 лишь с точностью до f. Величину f можно принять в качестве мерила разрешающей способности, не входя в противоречие с известными ранее определениями.

Интерпретировать получаемые данные для интересующей нас величины x_0 можно лишь с определенной степенью точности. Эта степень точности и определяет разрешающую способность реального прибора. Обычно рассматривают эмитирующую точку катода и изучают, куда попадут вылетевшие из нее электроны; мы поступим наоборот: возьмем точку экрана и постараемся выяснить, какие электроны могут в нее попасть. Предлагаемый метод естественно назвать методом «прицельного попадания».

Покажем, что новое определение разрешения не противоречит результатам, найденным ранее по методу касательных к пучку электронных траекторий [5].

Рассмотрим новым методом несколько задач. Сначала с целью сопоставления обоих методов получим уже известные результаты Брюхе [5].

* В действительности, конечно, $N = Mx_0 + f$, где M — увеличение. Но для наших целей будет удобнее всюду полагать $M = 1$.

Пусть в (1) и (3) $E_x = H_z = 0$; тогда имеем:

$$x = x_0 + v_x t, \tag{19}$$

$$z = v_z t + \frac{eE_z}{2m} t^2. \tag{20}$$

Для t из (20) находим:

$$t = -\frac{mv_z}{eE_z} + \sqrt{\left(\frac{mv_z}{eE_z}\right)^2 + \frac{2mz}{eE_z}}. \tag{21}$$

Вводя в (19) значение t, определенное из (21), находим N — координату точки попадания на экран:

$$N = x_0 - \frac{mv_x v_z}{eE_z} + \sqrt{\left(\frac{mv_x v_z}{eE_z}\right)^2 + \frac{2mv_x^2 z}{eE_z}}, \tag{22}$$

где v_x и v_z определяется через v_0 и α_0, а $\frac{mv_0^2}{2eE_z} = \delta$ или

$$N = x_0 - \delta \sin 2\alpha_0 + \sqrt{\delta^2 \sin^2 2\alpha_0 + 4\delta z \sin^2 \alpha_0}. \tag{23}$$

Как видно из (23), $|N - x_0|$ зависит от z. Однако при больших z эта зависимость оказывается несущественной. В действительности основную роль в изменении $|N - x_0|$ играет «ошибка» прибора, максимально равная величине δ, входящей во все члены правой части (23), кроме x_0.

Полагая $\frac{mv_0^{(2)}}{2} = e\varepsilon$, получаем $\delta = \frac{\varepsilon}{E_z}$, что совпадает с результатом Глаголевой-Аркадьевой, полученным методом касательных к электронным траекториям.

Рассмотрим теперь случай влияния электрического микрополя на разрешение эмиссионной картины катода. Электрическое поле у катода теперь неоднородно и определяется через суперпозицию потенциалов:

$$eE_z z \text{ и } \varphi_0 \exp\left(-\frac{z}{s}\right),$$

где φ_0 — усредненный эффект потенциала микрополя, s — расстояние, на котором возмущение затухает в e раз. Решение уравнений движения:

$$m\ddot{x} = 0 \text{ и } m\ddot{z} = E_z - \frac{\varphi_0}{s} \exp\left(-\frac{z}{s}\right)$$

дает:

$$x = x_0 + v_x t, \quad z = z_1 + (v_z + \Delta v)\, t + \frac{eE_z}{2m} t^2.$$

Для величины $\Delta v = \varphi_0 \sqrt{\frac{\pi m}{2e E_z s}}$, для точки попадания на экран получаем значение

$$N = x_0 - \frac{mv_x (v_z + \Delta v)}{eE_z} + F,$$

где F — корень, аналогичный входящему в (23).

Дополнительное ухудшение разрешения определяется величиной

$$\Delta\delta = \frac{mv_x \Delta v}{eE_z} = \frac{m}{eE_z} \sqrt{\frac{\pi\varepsilon}{E_z s}}. \tag{24}$$

Этот результат аналогичен полученному Бертейном [22], однако он сейчас охватывает не только эффект микрогеометрии, но и наличие других микролинз.

Из формулы (24) следует, что при $E_z \to \infty$ $\Delta\delta \to 0$. Однако такое заключение не всегда будет справедливо, ибо:

1) микролинза может обладать компонентой поля E_x, на которую поле E_z не влияет. Следовательно, сколь угодно сильное осевое поле не сделает такую микролинзу «невидимкой»;

2) сложный микрорельеф (например, острия) не всегда можно описать усредненным фактором возмущения по оси z. С усилением внешнего поля будет усиливаться и поле у острия.

Наконец, рассмотрим этим методом задачу увеличения светосилы объектива и диафрагмирования магнитным полем, действующим от поверхности катода. В уравнениях движения (1), (2) и (3) положим $E_x = 0$, тогда (1) и (2) легко приводятся к виду:

$$\ddot{x} + \omega^2 \dot{x} = 0; \quad \ddot{y} + \omega^2 \dot{y} = 0.$$

Решение с учетом начальных условий имеет вид

$$x = x_0 + \frac{v_x}{\omega} \sin \omega t;$$

$$y = y_0 + \frac{v_y}{\omega} \sin \omega t;$$

возьмем одну компоненту:

$$x = x_0 + v_x t \, \frac{\sin \omega t}{\omega t};$$

Это выражение отличается от (19) множителем $\frac{\sin \omega t}{\omega t}$; теперь можно сразу написать разрешение прибора:

$$\delta_H = \delta \, \frac{\sin \omega t}{\omega t},$$

где $\delta = \frac{\varepsilon}{E}$, а время пролета t определяется выражением (21).

Введем обозначение $a = \frac{mE_z}{2e H_z^2} = \frac{25}{9} \frac{E_z}{H_z^2}$ (E_z измеряется в V см$^{-1}$, H_z — в гауссах). Полагая в (21) $z \gg \delta$, получим:

$$\omega t \approx \sqrt{\frac{z}{a}}; \quad \delta_H = \frac{5}{3} \frac{\delta}{H_z} \sqrt{\frac{E_z}{z}} \sin \sqrt{\frac{z}{a}} \quad \text{или} \quad \delta_H \leqslant \frac{5}{3} \frac{\delta}{H_z} \sqrt{\frac{E_z}{z}}.$$

Например, при $E_z = 20$ kV см$^{-1}$ и $H_z = 10^4$, $z = 0{,}2$ см $\left(\delta_H \leqslant \frac{\delta}{20}\right)$.

Величина δ_H отражает не только улучшение разрешения в присутствии магнитного поля, но прежде всего увеличение светосилы иммерсионного объектива, так как ясно, что если пучок сужается магнитным полем в несколько раз, то во столько же раз увеличивается число электронов, проходящих через диафрагму заданного радиуса.

Степень точности этого заключения та же, что и выше при рассмотрении задачи по геометрическому методу касательных к траектории.

Физический факультет
Московского гос. университета
им. М. В. Ломоносова

Цитированная литература

1. Спивак Г. В., Канавина Н. Г., Сбитникова И. С., Домбровская Т. Н., Докл. АН СССР, **105**, 706 (1955); Спивак Г. В., Прилежаева И. Н., Азовцев В. К., Докл. АН СССР, **105**, 965 (1955); Спивак Г. В., Домбровская Т. Н., Седов Н. Н., Докл. АН СССР, **113**, 78 (1957); Спивак Г. В., Играс Э., Желудев И. С., Докл. АН СССР, **122**, 64 (1958); Спивак Г. В., Играс Э., Желудев И. С., Прямкова И. А., Кристаллография, **4**, 123 (1959).
2. Спивак Г. В., Дубинина Е. М., Сбитникова И. С., Прямкова И. А., Виноградов Д. П., Радиотехника и электроника, 3, 1077 (1958).

3. Спивак Г. В., Канавина Н. Г., Сбитникова И. С., Прилежаева И. Н., Домбровская Т. Н., Азовцев В. К., Изв. АН СССР. Сер. физ., **21**, 1177 (1957).
4. Богуславский С. А., Пути электронов в электромагнитных полях.— Изд. НИИФ, МГУ, М., 1929.
5. Электронная микроскопия. Под ред. А. А. Лебедева, гл. VI. ГТТИ, 1954, Brüche E., Kolloid.-Z., **100**, 192 (1942).
6. Recknagel A., Z. Phys., **117**, 689 (1941); **120**, 331 (1942).
7. Арцимович Л. А., Изв. АН СССР. Сер. физ., **8**, 313 (1954).
8. Воробьев Ю. В., Ж. техн. физ., **26**, 2269 (1956).
9. Septier A., Compt. Rend. Acad. sci., **240**, 1200 (1955).
10. Симэн Тай-е, Scient. Phys. Sinica, Пекинский ун-т, **13**, 339 (1957).
11. Ву Цюань-де, Scient. Sinica, **6**, 381 (1957); Acta phys. sinica, Пекинский ун-т, **13**, 90 (1957).
12. Прилежаева И. Н., Лившиц В. В., Спивак Г. В., Ж. техн. физ., **25**, 97 (1955).
13. Septier A., Ann. Radioélectr. 9, 374 (1954); Compt. Rend. Acad. sci. Paris, **235**, 652 (1952); Bertein F., Compt. Rend. Acad. sci., **234**, 417 (1952).
14. Спивак Г. В., Дубинина Е. М., Докл. АН СССР, 88, 673 (1953).
15. Kinder F., Naturwiss., **30**, 591 (1942); Kinder F., Pendzich A., Jahr. AEG Forsch. **7**, 23 (1940).
16. Розенфельд А. М., Автореферат диссертации. НИИ МРТП, М., 1953.
17. Fert G., Simon R., J. phys. et Radium, **18**, 87 (1957). Compt. Rend. Acad. sci., **243**, 1300 (1956).
18. Möllenstedt G., Duker H., Optik, **10**, 192 (1953).
19. Bayh W., Z. Phys., **150**, 10 (1958).
20. Koch W., Z. Phys., **152**, 1 (1958); Huguenin M. E. L., Ann. de Phys., **13**, 214 (1957).
21. Дирак П. А. М., Основы квантовой механики.— ГТТИ, 1932.
22. Bertein F., J. phys. et radium, **14**, 235 (1953).

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР

Т. XXIII, № 6 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1959

А. М. СТРАШКЕВИЧ

ЭЛЕКТРОННООПТИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА КВАДРУПОЛЬНЫХ ЭЛЕКТРОСТАТИЧЕСКИХ ЛИНЗ

В настоящее время квадрупольные линзы находят применение в электроннооптических устройствах (в качестве стигматоров), а также в системах «сильной фокусировки» линейных, циклических и других ускорителей. Теория квадрупольных линз (особенно в случае релятивистских скоростей частиц) разработана пока совершенно недостаточно. В настоящей работе выводятся основные соотношения релятивистской теории электроннооптического действия электростатических квадрупольных линз; рассмотрены общие методы, применимые при произвольной конфигурации электродов квадрупольных линз, а также ряд частных случаев.

Квадрупольную линзу образует любая система заряженных электродов, поле которой имеет две плоскости антисимметрии и две плоскости симметрии (назовем последние xz и yz). В центральной области такого поля (т. е. при малых x и y) потенциал выражается соотношением

$$\Phi = \Phi_0 + C(x^2 - y^2), \tag{1}$$

где Φ_0 — постоянное значение потенциала на оси z; для двухмерных (плоских) полей множитель C — число постоянное. Тогда формула (1) непосредственно следует из соотношения (7) [1]. Для пространственного поля множитель C является функцией от z (в этом случае будем обозначать его C_z).

При $\Phi = \text{const}$ уравнение (1) есть уравнение эквипотенциальных поверхностей, имеющих форму гиперболических цилиндров. В сечении с плоскостью xy они дают равносторонние гиперболы с действительной полуосью, равной $\sqrt{\frac{\Phi - \Phi_0}{C}}$. При $\Phi = \Phi_0$ получаем уравнения $y = \pm x$ двух взаимно перпендикулярных асимптот; в пространстве это будут взаимно перпендикулярные плоскости антисимметрии поля.

Из (1) следует, что

$$E_x : x = -E_y : y. \tag{2}$$

Соотношение (2) является частным случаем более общего выражения, справедливого для любых двоякосимметричных полей:

$$\frac{E_x}{x} = -\frac{E_y}{y} + \Phi_z'', \tag{3}$$

где

$$\Phi_z'' = \left(\frac{\partial^2 \Phi}{\partial z^2}\right)_{0,0,z}.$$

В двоякосимметричном поле стигматора, в котором не используются квадрупольные линзы, $E_x : x$ и $E_y : y$ имеют обычно одинаковые знаки; при изменении формы электродов они меняются только по величине. Например, при изменении полуосей a и b эллиптического отверстия в диафрагме стигматора Маля $E_x : x$ и $E_y : y$ меняются в соответствии с формулой

$$\frac{E_x}{x} : \frac{E_y}{y} = \frac{b^2 + z^2}{a^2 + z^2} > 0, \tag{4}$$

где z отсчитано от центра отверстия, а оси x и y ориентированы вдоль полуосей a и b. При наличии плоскостей антисимметрии $\Phi_z'' = 0$ и возможно более сильное воздействие поля на астигматический пучок, так как $E_x : x$ и $E_y : y$ обязательно отличаются по знаку. Это создает возможность более эффективного действия стигматора при больших скоростях частиц. Как отмечено Пихтом [2], в основе стигматора Ранга [3], по существу, лежит применение системы двух квадрупольных линз.

Из более общих формул (см. (2) в [4]) получаем следующие уравнения траектории релятивистской заряженной частицы, летящей близко от оси z под малыми углами к ней в поле квадрупольной линзы:

$$\frac{d^2x}{dz^2} = \frac{A_0 C_z}{\Phi_0} x; \qquad \frac{d^2y}{dz^2} = -\frac{A_0 C_z}{\Phi_0} y; \tag{5}$$

здесь A_0 обозначает релятивистский поправочный коэффициент; он равен единице при $v \ll c$ и растет до двух при росте v (скорости частицы):

$$A_0 = \frac{2}{1 + \sqrt{1 - \frac{v^2}{c^2}}} = \frac{1 - \frac{e\Phi_0}{m_0 c^2}}{1 - \frac{e\Phi_0}{2m_0 c^2}}. \tag{6}$$

Поскольку мы рассматриваем приосевую область, значение v может быть взято на оси z. Знак Φ_0 противоположен знаку заряда частицы e.

Из вида уравнений (5) вытекает, что (как и в двоякосимметричных полях, не обладающих антисимметрией) для проекций траектории на плоскости симметрии осуществляются соотношения гауссовой диоптрики. Проанализированные Глазером [5] условия, при которых аксиальносимметричная система обладает фокальными точками и фокальными плоскостями, могут быть распространены и на квадрупольные системы. Некоторые соотношения при этом значительно упрощаются (например, формулы 67 в [5]), поскольку потенциал на оси z есть величина постоянная.

Знаки коэффициентов в правых частях формул (5) противоположны. Поэтому для проекций на одну плоскость симметрии поле является собирающей линзой, а для проекций на другую — рассеивающей. Для теории электронооптического действия квадрупольных линз существенно, что эти коэффициенты при одинаковом z равны по абсолютной величине.

Если, пренебрегая краевым эффектом, предположить, что на интервале $0 \leqslant z \leqslant l$ потенциал выражается формулой (1), а вне этого интервала постоянен и равен Φ_0, то можно проинтегрировать уравнения (5) при условиях $z = 0$, $x = x_0$, $y = y_0$, $x' = y' = 0$ (будем считать $e > 0$):

$$x = x_0 \cos\left(\sqrt{\frac{A_0 C}{|\Phi_0|}}\, z\right), \qquad y = y_0 \operatorname{ch}\left(\sqrt{\frac{A_0 C}{|\Phi_0|}}\, z\right). \tag{7}$$

Теперь мы можем получить фокусные расстояния f_x и f_y, характеризующие электронооптические свойства системы. Предположим, что $U \ll |\Phi_0|$. Практически данное предположение всегда осуществляется. Например, в системе, применявшейся для «сильной фокусировки» протонных пучков, ускоряемых до 2 и 5 MeV большим генератором Ван-де-Граафа [6], U было равно, соответственно, 6 и 15 kV. Из рис. 1 и первой формулы (7) находим, что

$$f_x = \frac{|\Phi_0|}{A_0 C l}, \qquad z_{Hx} = \frac{l}{2}. \tag{8}$$

Аналогично получаем для проекций траекторий на плоскость yz в том же приближении:

$$f_y = -\frac{|\Phi_0|}{A_0 C l}, \qquad z_{Hy} = \frac{l}{2}. \tag{9}$$

При отрицательном знаке заряда частицы знаки f_x и f_y меняются на обратные.

Выведенные формулы в частном случае движения нерелятивистских частиц в поле квадрупольной линзы с электродами в форме гиперболических цилиндров совпадают с формулами Баллока [6]. Тогда $C = \frac{U}{a^2}$, где a — действительная полуось сечения гиперболических электродов. Сравнительно несложно могут быть получены коэффициенты C и для ряда других систем. Например, для системы четырех заряженных полуплоскостей (рис. 2) можем применить метод, предложенный нами для систем восьми полуплоскостей (в формуле (12) в [1] показатель степени правой части в нашем случае должен быть 2, а не 4). Получаем

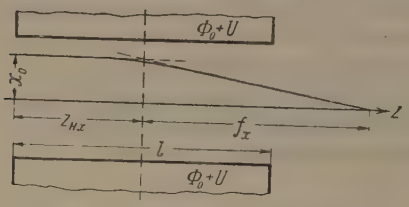


Рис. 1

$$C = \frac{2U}{\pi r_0^2}.$$

Применяя тот же метод и используя известные формулы для потенциала, создаваемого заряженным цилиндром и параллельной ему заземленной плоскостью, находим для изображенной на рис. 3 системы четырех цилиндров (при условии $R_0 \ll r_0$ цилиндры можно считать круговыми), что

$$C = \frac{2U}{r_0^2\left(1+\frac{2R_0}{r_0}\right)\ln\left(1+\frac{r_0}{R_0}\right)}.$$

Для цилиндра, разрезанного на четыре части, коэффициент C равен $\frac{4U}{\pi n_0^2}$ (при выводе предполагалось, что зазоры между соседними электродами

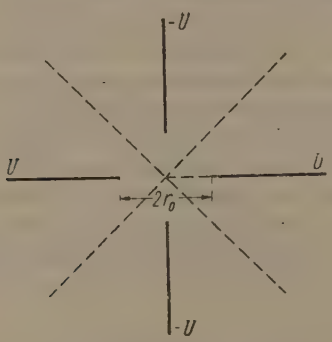


Рис. 2

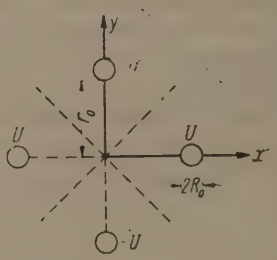


Рис. 3

исчезающе малы, но как следует из данных, приведенных Бернаром [7], зазор, даже несколько превышающий шестую часть радиуса, уменьшает C всего на 0,5%). Учитывая, что протяженность электродов вдоль оси z конечна, берем в (1) и уравнениях, получаемых из (1), $C = C_z = C_z(z)$. Выведем для этого случая формулы для оптических сил и координат главных точек проекций траекторий на плоскости симметрии. Будем предполагать, что интервал (z_1, z_2), на котором локализуется действие квадрупольной линзы, мал по сравнению с величиной фокусного расстояния. В пределах линзы изменения x и y будем считать небольшими. Выкладки, совершенно аналогичные производимым в теории тонких аксиально симметричных линз, в первом приближении приводят к таким выражениям для оптических сил:

$$\frac{1}{f_{x1}} = \frac{1}{f_{x2}} = -\frac{1}{f_{y1}} = -\frac{1}{f_{y2}} = -\frac{A_0}{\Phi_0}\int_{z_1}^{z_2} C_z\,dz. \qquad (10$$

Для координат главных точек получаем:

$$z_{H_{x_1}} = z_{Hx2} = z_{Hy1} = z_{Hy2} = \int_{z_1}^{z_2} zC_z\,dz : \int_{z_1}^{z_2} C_z\,dz\,. \tag{11}$$

В данном приближении главные плоскости совпадают друг с другом, но не совпадают с плоскостью геометрической симметрии электродов квадрупольной линзы, если кривая $C_z = C_z(z)$ в пределах линзы имеет несимметричный вид. Для рассмотренных выше случаев, когда можно считать $C_z = C = \text{const}$ на интервале $0 \leqslant z \leqslant l$ и пренебрегать этой величиной для всех остальных z, получаем из (10) и (11) формулы (8) и (9).

Интегрируя уравнения (5), удобно применять метод последовательных приближений. Этим методом могут быть уточнены и соотношения (10) и (11). Тогда получаем

$$\frac{1}{f_{x2}} = -\frac{A_0}{\Phi_0}\int_{z_1}^{z_2} \frac{x}{x_1} C_z\,dz, \tag{12}$$

где x_1 — значение x при $z = z_1$ для луча, идущего первоначально параллельно плоскости yz. Под интегралом в (12) и в выражении для координаты главной точки

$$z_{Hx2} = \int_{z_1}^{z_2} zx\,C_z\,dz : \int_{z_1}^{z_2} xC_z\,dz \tag{13}$$

должны быть подставлены последовательно находимые первое, второе и т. д. приближения для x. Для их нахождения пользуемся формулой, которая получается из первого уравнения (5):

$$x = x_1 + \frac{A_0}{\Phi_0}\left(z\int_{z_1}^{z} x\,C_z\,dz - \int_{z_1}^{z} zx\,C_z\,dz\right). \tag{14}$$

Если в правой части (14) взять $x = 0$, то получим $x = x_1$. Подстановка в (12) и (13) даст формулы первого приближения, приведенные выше. Если под интегралы в (14) подставим $x = x_1$, получим следующее приближение для x; подстановка его в (12), (13) дает f_{x2} и z_{Hx2} во втором приближении. Повторяем этот прием, подставляя под интегралы в (14) второе, третье и т. д. приближения для x, пока не получим для f_{x_2} и z_{Hx_2} двух последовательных приближений, совпадающих между собой в пределах нужной точности. Для вычисления f_{x1} получаем

$$\frac{1}{f_{x_1}} = -\frac{A_0}{\Phi_0}\int_{z_1}^{z_2} \frac{x}{x_2} C_z\,dz, \tag{15}$$

где x_2 — значение x при $z = z_2$ для луча, параллельного плоскости yz после прохождения через квадрупольную линзу. Выражение для $z_{H_{x1}}$ совпадает с (13). В него, как и в (15), должны быть подставлены значения x, находимые методом последовательных приближений из равенства, аналогичного (14). Так же находится f_{y1}, f_{y2}, z_{Hy1} и z_{Hy2}. Во втором и дальнейших приближениях абсолютные величины f_{x1} и f_{y1}, f_{x2} и f_{y2} (в противоположность первому приближению) вообще не совпадают.

Рассмотрим пространственное поле системы квадрупольных линз, электроды которых имеют сферическую форму (рис. 4). Пусть $b \ll a$ и $b \ll L$. Если электроды считать точечными зарядами, равными $\pm q$, потенциал в точках сферической поверхности малого радиуса $r = b$, описанной вокруг любого заряда, практически обусловлен только этим зарядом и равен $\frac{q}{b}$. Поэтому мы можем в выражении для потенциала системы точечных зарядов заменить $\pm q$ на $\pm Ub$. Разлагая выражение для Φ в ряд по степеням

x и y и ограничиваясь членами второй степени, находим

$$C_z = 3a^2 bU \sum_k (-1)^k [a^2 + (kL - z)^2]^{-\frac{5}{2}};$$

суммирование производится по всем k, т. е. по всем линзам. Если имеется только одна квадрупольная линза со сферическими электродами, из этого выражения получаем формулу, приведенную в работе [8].

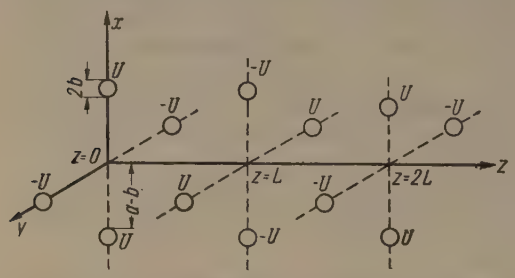


Рис. 4

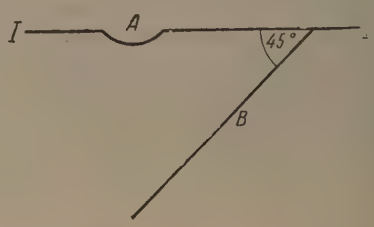


Рис. 5

Для квадрупольных линз с электродами произвольной формы необходимый для расчета переменный коэффициент C_z всегда может быть получен экспериментально, методом, аналогичным разработанному нами для исследования полей корректоров [1]. Нужно поместить в электролитическую ванну два электрода (рис. 5). Электрод A представляет собой соответственно увеличенный и разрезанный вдоль плоскости симметрии один из четырех электродов квадрупольной линзы. Заземленный плоский электрод B соответствует эквипотенциальной плоскости антисимметрии. Измеряется потенциал Ф в плоскости поверхности электролита $I - I$ для различных r. Откладываем на графике Ф как функцию r^2 и находим тангенс угла наклона касательной к этой линии при $r^2 \to 0$. Это и будет значение C_z для данного z. Повторяя то же самое для различных z, найдем $C_z = C_z(z)$.

Независимо от формы электродов квадрупольной линзы и от порядка, в котором частица будет проходить собирающие и рассеивающие области, система двух таких линз, размещенных одна после другой, как на рис. 4, всегда как для плоскости xz, так и для yz является собирающей. В этом случае могут быть применены известные формулы геометрической оптики для расчета главных точек системы двух последовательно размещенных линз ([9], гл. V, § 8). Исходя из (10), получаем, что оптические силы для проекций траекторий на плоскости xz и yz будут одинаковы и положительны.

Однако равенство оптических сил для обеих проекций не доказывает того, что у системы будет отсутствовать астигматизм. Система обладает астигматизмом, и его причиной является несовпадение главных точек для плоскостей xz и yz, что следует из названных выше формул [9]. Астигматизм может быть уменьшен присоединением добавочных квадрупольных линз.

Кафедра физики
Киевского политехнического института

Цитированная литература

1. Страшкевич А. М., Ж. техн. физ., 24, 274 (1954).
2. Picht J., Einführung in die Theorie der Elektronenoptik.— Leipzig, 1957.
3. Rang O., Optik, 5, 518 (1949).
4. Страшкевич А. М., Ж. техн. физ., 22, 1848 (1952).
5. Глазер В., Основы электронной оптики.— М., 1957.
6. Bullock M. L., Amer. J. Phys., 23, 264 (1955).
7. Bernard M., C. r. Acad. sci., 236, 185 (1953).
8. Archard G. D., Proc. Phys. Soc., B. 68, 817 (1955).
9. Хвольсон О. Д., Курс физики, т. 2.— Госиздат РСФСР, Берлин, 1928.

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР

Т. XXIII, № 6 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1959

П. П. КАСЬЯНКОВ

ОБ ОДНОМ МЕТОДЕ ТЕОРЕТИЧЕСКОГО ИССЛЕДОВАНИЯ СВОЙСТВ СТИГМАТОРА

1. Известно, что осевой астигматизм, появляющийся за счет дефектов изготовления и юстировки отдельных частей электронного микроскопа, является важным фактором, ограничивающим разрешающую силу прибора. Так, вследствие эллиптичности отверстия полюсного наконечника ЭМ-100 в 0,1 μ разрешение ухудшается в два раза по сравнению с разрешением этого прибора, определяемым сферической аберрацией и дифракцией [1]. Отсюда видно, что улучшить разрешение до 5—7 Å путем повышения точности изготовления деталей микроскопа в наше время оказывается нереальным.

Электронооптическая система микроскопа вследствие неточностей ее изготовления не обладает осевой симметрией. Но легко устанавливается, что и произвольная электронооптическая система (не обладающая осевой симметрией) при некоторых условиях в параксиальной области дает стигматическое изображение. Поэтому в электронном микроскопе и при нарушении осевой симметрии при помощи дополнительного стигмирующего поля можно устранить осевой астигматизм. В настоящей работе речь идет о стигмирующих полях, позволяющих получить стигматическое изображение при отсутствии осевой симметрии поля.

Выбор того или иного типа стигматора для заданной электронооптической системы производится, насколько нам известно, экспериментальным методом. В некоторых случаях этот метод является единственно возможным. Так, например, в настоящее время не известны методы расчета несимметрии магнитного поля, происходящей за счет неоднородностей материала полюсных наконечников. Поэтому невозможно проверить вычислением, будет ли введение винтов из мягкого железа в зазор между полюсными наконечниками исправлять астигматизм магнитного объектива (метод Хийе и Рамберга). Однако во всех тех случаях, когда электромагнитное поле с известной точностью может быть рассчитано для исследования фокусирующих свойств стигматора, а также для нахождения оптимальной конструкции его, с успехом могут быть использованы вычислительные методы.

2. В электронном микроскопе, изготовленном с некоторыми погрешностями, в общем случае все траектории пучка, формирующего изображение, будут кривыми линиями. Некоторую среднюю траекторию пучка называют главной (основной) траекторией или также осью электронооптической системы. Главная траектория может быть, в частности, и прямой линией. Возьмем в качестве оси s криволинейной системы координат s, p, q основную траекторию, а p и q направим по нормали и бинормали к ней. Обозначим через k и $\varkappa$ кривизну и кручение основной траектории, $\varphi(s, p, q)$ и $\psi(s, p, q)$ — электростатический и скалярный магнитный потенциалы, $\Phi = \Phi(z)$ и $\Psi = \Psi(s)$ — значения потенциалов на основной траектории, φ_i, ψ_i, φ_{ik} и ψ_{ik} $(i, k = 2, 3)$ — значения частных производных от потенциалов на оси s, причем индекс 2 указывает на дифференцирование по p, а индекс 3 — дифференцирование по q. Штрихом будем обозначать дифференцирование по s.

Фокусирующие свойства электроннооптической системы с криволинейной осью в параксиальной области определяются свойствами решений $p(s)$ и $q(s)$ системы уравнений:

$$\left.\begin{aligned} p'' + ap' + bq' + a_1 p + a_2 q = 0 \\ q'' + aq' - bp' + b_1 p + b_2 q = 0 \end{aligned}\right\}, \tag{1}$$

где коэффициенты a, b, a_1, a_2, b_1 и b_2 известными формулами выражаются через k, $\varkappa$, Φ, ψ, φ_i, ψ_i, φ_{ik} и ψ_{ik}.

Погрешности изготовления будем считать малыми. Тогда реальная электроннооптическая система с криволинейной осью будет мало отклоняться от идеальной осесимметричной системы, т. е. k, $\varkappa$, φ_i, ψ_i, φ_{23} и ψ_{23} и величины

$$\left.\begin{aligned} \mu = \frac{1}{2}(\varphi_{33} - \varphi_{22}) \\ \nu = \frac{1}{2}(\psi_{33} - \psi_{22}) \end{aligned}\right\} \tag{2}$$

будут малы по сравнению с остальными величинами, входящими в выражения для коэффициентов системы (1).

Для систем, отклонения которых от осевой симметрии малы, решения p, q уравнений (1) можно выразить при помощи решений R_1, R_2, уравнения

$$R'' + \left(\frac{3}{16}\frac{\Phi'^2}{\Phi^2} + \frac{e}{8m\Phi}\psi'^2\right) R = 0 \tag{3}$$

и затем, пользуясь выражениями для p, q, выписать условия существования стигматического изображения [2]. Для частного случая электростатической системы условия исправления осевого астигматизма в плоскости $s = s_u$ записываются соотношениями:

$$\left.\begin{aligned} \int_{s_0}^{s_u} A_1 R_1^2\, ds = 0, \qquad \int_{s_0}^{s_u} B_2 R_1^2\, ds = 0, \\ \int_{s_0}^{s_u} A_2 R_1^2\, ds = 0, \qquad \int_{s_0}^{s_u} B_2 R_1^2\, ds = 0, \end{aligned}\right\} \tag{4}$$

где

$$\left.\begin{aligned} A_1 &= \frac{1}{2\Phi}\left[\frac{3}{2}k\varphi_2 + \mu + 2(k^2 - \varkappa^2)\Phi\right], \\ A_2 &= -\frac{1}{2\Phi}(2\varkappa'\Phi + \varkappa\Phi' + \varphi_{23}), \\ B_1 &= \frac{1}{2\Phi}(2\varkappa'\Phi + \varkappa\Phi' - \varphi_{23}), \\ B_2 &= -\frac{1}{2\Phi}\left(2\varkappa^2\Phi + \mu + \frac{1}{2}k\varphi_2\right), \end{aligned}\right\} \tag{5}$$

R_1 — решение уравнения (3), определяемое начальными условиями

$$R_1(s_0) = 0, \qquad R_1'(s_0) = 1 \tag{6}$$

и обращающееся в нуль при $s = s_u$.

3. Обозначим через $p_1(s)$, $q_1(s)$, $p_2(s)$, $q_2(s)$ — два линейно независимых решения системы (1), обращающиеся в нуль при $s = s_0$. Тогда, если существует значение $s_1 \neq s_0$, для которого обращается в нуль первое решение $p_1(s_1) = q_1(s_1) = 0$ и $s_2 \neq s_0$, для которого обращается в нуль второе решение $p_2(s_2) = q_2(s_2) = 0$, то разность $s_2 - s_1$ называется астигматической разностью или осевым астигматизмом. Следовательно, для расчета осевого астигматизма необходимо найти два линейно независимых

решения системы второго порядка (1). Применение метода, изложенного в работе [2], сводит эту задачу к нахождению одного решения уравнения (3) и вычислению четырех определенных интегралов. В вычислительном отношении это является значительным преимуществом предлагаемого метода. Поле стигматора должно быть таким, чтобы суммарное поле (поле исходной системы и поле стигматора, вместе взятые) удовлетворяло условиям стигматического изображения. Если поле исходной системы и поле стигматора локализованы в разных частях пространства, так что там, где действует поле исходной системы, действием поля стигматора можно пренебречь и наоборот, то преимущества использования условий стигматического изображения хорошо видны на следующем примере.

Рассмотрим электростатический электронный микроскоп. Предположим, что вследствие дефектов изготовления получилась не осесимметричная система, а система с двумя плоскостями симметрии. Такой случай будет иметь место, например, тогда, когда отверстие одной или нескольких из диафрагм объектива имеет эллиптическую форму, но центрировка диафрагм, так же как и всей системы в целом, произведена с высокой точностью, так что осевой астигматизм появляется только за счет эллиптичности отверстий диафрагм. Линия пересечения плоскостей симметрии поля будет траекторией электрона. Эту прямолинейную траекторию примем в качестве главной траектории пучка, формирующего изображение. Получаем частный вид электростатической системы с криволинейной осью, для которой $k = \varkappa = 0$, $\varphi_2 = \varphi_3 = \varphi_{23} = 0$.

В параксиальной области несимметрия системы характеризуется одним параметром μ. Промежуток изменения s, в котором действует поле системы, а полем действия стигматора можно пренебречь, обозначаем $[s_0, s_c]$, промежуток, в котором действует поле стигматора, а полем системы можно пренебречь, обозначим $[s_c, s_u]$. Условия стигматического изображения (4) принимают вид:

$$\left.\begin{aligned} &\int_{s_0}^{s_c} \frac{\mu}{2\Phi} R_1^2\, ds + \int_{s_c}^{s_u} A_1 R_1^2\, ds = 0, \\ &-\int_{s_0}^{s_c} \frac{\mu}{2\Phi} R_1^2\, ds + \int_{s_c}^{s_u} B_2 R_1^2\, ds = 0, \\ &\int_{s_c}^{s_u} B_1 R_1^2\, ds = 0, \qquad \int_{s_c}^{s_u} A_2 R_1^2\, ds = 0. \end{aligned}\right\} \tag{7}$$

Положим теперь, что в промежутке $[s_c, s_u]$

$$\varphi(s, p, q) = \Phi_1 + \Phi_2(s)(p^2 - q^2), \tag{8}$$

где $\Phi_1 = \Phi|_{s=s_c}$.

Из формул (5) непосредственно видно, что условия (7) сводятся к одному:

$$\int_{s_c}^{s_u} \frac{\mu}{2\Phi} R_1^2\, ds - \int_{s_c}^{s_u} \frac{\Phi_2(s)}{\Phi_1} R_1^2\, ds = 0. \tag{9}$$

Нетрудно видеть (не вычисляя $R_1(s)$), что соответствующим выбором $\Phi_2(s)$ этому условию можно удовлетворить и, следовательно, потенциал (8) можно принять в качестве потенциала поля стигматора. Из (9) видно, что поле стигматора может быть локализовано в любой части промежутка $[s_c, s_u]$ и что если оно локализовано вблизи точки s_u, где

$R_1(s_u) = 0$, то необходимо придавать большие значения отношению

$$\frac{\Phi_2(s)}{\Phi_1}.$$

Из условий (4) непосредственно следует и более общий вывод о том, что если астигматизм исходной системы происходит только за счет эллиптичности отверстий диафрагм, то в качестве стигматора может быть взята любая электростатическая система с двумя плоскостями симметрии, проходящими через ось исходной системы, если только поворотом вокруг этой оси ее поставить в соответствующее положение.

В общем случае отклонения от осевой симметрии будут такими, что исходная система становится системой с криволинейной осью общего вида ($k \neq 0$, $\varkappa \neq 0$, $\varphi_2 \neq 0$, $\varphi_{23} \neq 0$); тогда с помощью стигмирующей системы с двумя плоскостями симметрии нельзя удовлетворить условиям исправления осевого астигматизма. Действительно, потенциал системы с двумя плоскостями симметрии можно записать в виде

$$\varphi(s,p,q) = \Phi_1 + \Phi_2 p^2 + \Phi_3 q^2, \qquad (10)$$

где Φ_2, Φ_3 — некоторые функции от s. Условия стигматического изображения (5) при стигмирующем поле (10) получаются из (7), если там поменять местами $[s_0, s_c]$ и $[s_c, s_u]$ и положить $\mu = \Phi_3 - \Phi_2$, $\Phi = \Phi_1$. В общем случае для исходной системы соотношения

$$\int_{s_0}^{s_c} (A_2 - B_1) R_1^2 ds = 0, \qquad \int_{s_0}^{s_c} (A_1 + B_2) R_1^2 ds = 0 \qquad (11)$$

не имеют места. Поэтому выбором величины $\mu = \Phi_3 - \Phi_2$ и угла поворота электродов, создающих поле (10), можно удовлетворить не более чем двум из четырех условий исправления осевого астигматизма. То же самое можно сказать о любом стигматоре с прямолинейной осью, являющейся продолжением оси исходной системы, если его поле и поле исходной системы локализованы в различных частях пространства. Именно последнее обстоятельство и служит главным препятствием к тому, чтобы путем повышения точности юстировки деталей восстановить с достаточным приближением прямолинейность оси системы.

Практически целесообразно ограничиться применением стигматоров с прямолинейной осью. Но тогда необходимость восстановления прямолинейности оси суммарной системы вынуждает применять в приборах, предназначенных для получения высокого разрешения, установки из нескольких стигматоров [4].

4. Условия существования стигматического изображения могут быть применены к решению прямой задачи расчета стигмирующего поля подобно тому, как это делается при исправлении аберраций третьего порядка в системах с осевой симметрией [5]. Схема решений этой задачи состоит в следующем: определим четыре вспомогательные функции $h_i(s)$ ($i = 1, 2, 3, 4$) так, чтобы они удовлетворяли условиям

$$\int_{s_0}^{s_u} h_i(s)\, ds = 0 \qquad (12)$$

и были непрерывными $[s_0, s_u]$ вместе со своими производными до некоторого порядка. Обозначим подынтегральные выражения в условиях (18) из [2] через F_i ($i = 1, 2, 3, 4$) и потребуем, чтобы для всех s из $[s_0, s_u]$ удовлетворялись уравнения

$$F_i = h_i(s). \qquad (13)$$

Если суммарное поле удовлетворяет этим уравнениям, то условия (18) из [2] будут удовлетворены вследствие (12). В том случае, когда поле

системы локализовано в промежутке $[s_0, s_c]$, а поле стигматора — в промежутке $[s_c, s_u]$, функции h_i в промежутке $[s_0, s_c]$ можно считать известными, поскольку значения F_i для этого промежутка однозначно определены заданием исходной системы. Вообще же в определении вспомогательных функций остается много произвола. Вследствие этого, а также вследствие того, что искомых величин больше, чем число условий, метод дает бесчисленное множество решений. При условии, что всюду в области действия поля исходной системы поле стигматора отлично от нуля, можно положить $h_i \equiv 0$ $(1, 2, 3, 4)$.

Вычисления показывают, что тогда получится система, принадлежащая к классу квазисимметричных систем.

5. Предлагаемый метод может быть использован также для расчета допусков на изготовление деталей и их юстировку при наличии заданного стигматора, если в качестве критерия оценки прибора принять исправление осевого астигматизма с заданной точностью. Проведение такого расчета будет состоять в вычислении осевого астигматизма по заданным отклонениям от осевой симметрии и последующего определения таких допустимых отклонений (допусков), при которых осевой астигматизм не превосходит заданной величины. По сравнению с методом расчета допусков, основанным на расчетах траекторий, применение рассматриваемого здесь метода дает значительное сокращение вычислительной работы.

6. Отметим также, что небольшое видоизменение метода позволяет применить его к исследованию систем, мало отклоняющихся от заданной системы с криволинейной осью. Системы такого типа могут встретиться, например, тогда, когда вследствие дефектов изготовления деталей масс-спектрометра с криволинейной осью получится система, отклоняющаяся от расчетной системы с криволинейной осью.

В заключение выражаю глубокую благодарность А. А. Лебедеву за ценные указания.

Цитированная литература

1. Archard G. D., J. Scient. Instrum., **30**, 352 (1953).
2. Касьянков П. П., Докл. АН СССР, **120**, 49 (1958).
3. Handbuch der Physik, **33**, Springer-Verlag, Berlin, 1956.
4. Стоянов П. В., Изв. АН СССР. Сер. физ., **23**, 467 (1959).
5. Касьянков П. П., Ж. техн. физ., **22**, 80 (1952).

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР

Т. XXIII, № 6 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1959

Г. В. ДЕР-ШВАРЦ и С. А. БЕЛЕНЬКИЙ

К ВОПРОСУ О ВЛИЯНИИ ОДНОЙ ХРОМАТИЧЕСКОЙ АБЕРРАЦИИ ДЕЮСТИРОВКИ НА РАЗРЕШЕНИЕ ОТРАЖАТЕЛЬНОГО ЭЛЕКТРОННОГО МИКРОСКОПА

Сдвиг апертурной диафрагмы объектива электронного микроскопа приводит к появлению особого вида хроматической аберрации, которая, в частности, может ограничить разрешение отражательного электронного микроскопа [1]. Представляет интерес оценить влияние геометрических размеров полюсного наконечника объектива на величину этой аберрации деюстировки. Такая оценка была проведена методом приближенного интегрирования уравнения траекторий, в котором используется замена истинной кривой распределения индукции ступенеобразной ломаной линией, на отдельных участках которой индукция постоянна [2].

Для проведения оптического расчета выведенные ранее выражения для отклонений Δx, Δy и их наклонов $\Delta x'$, $\Delta y'$ [1] были обобщены на случай неоднородных начальных условий. При этом были получены следующие выражения для отклонений и их производных:

$$(\Delta x)^* = \Delta x + C_1^* \sin k(z - z_н) + C_2^* \cos k(z - z_н), \quad (1)$$

$$(\Delta x')^* = \Delta x' + C_1^* k \cos k(z - z_н) - C_2^* k \sin k(z - z_н), \quad (2)$$

$$(\Delta y)^* = \Delta y + C_3^* \sin k(z - z_н) + C_4^* \cos k(z - z_н), \quad (3)$$

$$(\Delta y')^* = \Delta y' + C_3^* k \cos k(z - z_н) - C_4^* k \sin k(z - z_н), \quad (4)$$

где Δx, Δy, $\Delta x'$ и $\Delta y'$ — соответствующие величины при однородных начальных условиях ([1] выражения (8) и (10)),

$$k = \sqrt{\frac{e}{8m}} \frac{B_{max} \cos\beta\, a}{\sqrt{\varphi^*}}, \qquad z - z_н = \frac{Z - Z_н}{a}$$

(a — протяженность участка постоянной индукции по оси Z). Постоянные C_1^*, C_2^*, C_3^* и C_4^* определяются из соотношений $C_1^* = \frac{(\Delta x'_н)^*}{k}$, $C_2^* = (\Delta x_н)^*$, $C_3^* = \frac{(\Delta y'_н)^*}{k}$ и $C_4^* = (\Delta y_н)^*$, где индекс н обозначает, что соответствующая величина относится к началу участка интегрирования.

В качестве модели, имитирующей распределение скалярного магнитного потенциала в полюсном наконечнике, была принята модель трубчатой иммерсионной линзы с определенным отношением s/c, где s — ширина немагнитного зазора, а c — диаметр канала линзы (рис. 1). Если принять, что распределение потенциала в зазоре линзы на образующей цилиндрической трубки диаметра c (т. е. при $-s/2 \leqslant Z \leqslant s/2$) следует линейному закону

$$V = V_0 + \frac{V_B - V_A}{s} Z, \quad (5)$$

где

$$V_0 = \frac{V_A + V_B}{2},$$

то

$$\varphi_1(r, Z) = V_0 + \frac{V_B - V_A}{s} Z - \sum_{k=1}^{\infty} \frac{c\,(V_B - V_A)\,c^{-\frac{\alpha_k s}{c}}}{\alpha_k^2 s\, J_1(\alpha_k)} \operatorname{sh}\left(\frac{2\alpha_k}{c} Z\right) J_0\left(\frac{2\alpha_k r}{c}\right) \quad (6)$$

для $0 \leqslant Z \leqslant s/2$ и

$$\varphi_2(r, Z) = V_B - \frac{(V_B - V_A)\,c}{2s} \sum_{k=1}^{\infty} \frac{J_0\left(\frac{2\alpha_k r}{c}\right)}{\alpha_k^2 J_1(\alpha_k)} \left[1 - e^{-\frac{2\alpha_k s}{c}}\right] e^{\frac{-2\alpha_k}{c}\left(Z - \frac{s}{2}\right)} \quad (7)$$

для $s/2 \leqslant Z \leqslant \infty$.

В этих выражениях α_k — корни уравнения $J_0(x) = 0$; $J_0(x)$ и $J_1(x)$ — функции Бесселя первого рода нулевого и первого порядка.

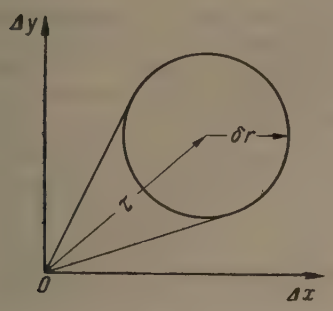


Рис. 1

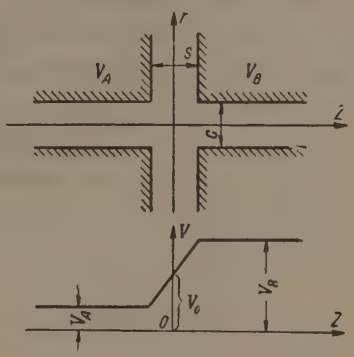


Рис. 2

Дифференцируя (6) и (7) по Z, получаем распределение компоненты индукции B_Z:

$$B_{Z_1}(r; Z) = 2B_s - 2B_s \sum_{k=1}^{\infty} \frac{e^{-\frac{\alpha_k s}{c}} \operatorname{ch}\left(\frac{2\alpha_k Z}{c}\right) \cdot J_0\left(\frac{2\alpha_k r}{c}\right)}{\alpha_k J_1(\alpha_k)} \quad (8)$$

для $0 \leqslant Z \leqslant s/2$, и

$$B_{Z_2}(r; Z) = 2B_s \sum_{k=1}^{\infty} e^{-\frac{\alpha_k Z}{c}} \operatorname{sh}\left(\frac{\alpha_k s}{c}\right) \frac{J_0\left(\frac{2\alpha_k r}{c}\right)}{\alpha_k J_1(\alpha_k)} \quad (9)$$

для $\frac{s}{2} \leqslant Z \leqslant \infty$, где

$$B_s = \frac{V_B - V_A}{s} \quad (10)$$

— индукция в зазоре между башмаками $\left(r \geqslant \frac{c}{2};\ -\frac{s}{2} \leqslant Z \leqslant \frac{s}{2}\right)$. Из (8) и (9) можно получить осевое распределение индукции B_Z, если положить $r = 0$.

Таким способом было рассчитано осевое распределение индукции $B_Z(Z) = B_{\max} F(Z)$ для следующих значений s, c, $B_{\max}$:

1. $s/c = 0{,}5$, $c = 4$ мм, $B_{\max} = 11$ kGs;
2. $s/c = 1$, $c = 4$ мм, $B_{\max} = 12$ kGs;
3. $s/c = 1$, $c = 4$ мм, $B_{\max} = 14$ kGs;
4. $s/c = 1$, $c = 1{,}5$ мм, $B_{\max} = 12{,}6$ kGs;
5. $s/c = 0$, $c = 4$ мм $B_{\max} = 12$ kGs.

Для последнего случая распределение индукции $B(Z)$ рассчитывалось по формуле

$$B(Z) = \frac{B_{max}}{\mathrm{ch}^2\left[1{,}315\frac{2Z}{c}\right]}, \tag{11}$$

полученной дифференцированием по Z формулы работы [3].

Для получения фигур аберраций в плоскости изображения Гаусса рассчитывались: отверстная хроматическая ошибка для центрального пучка при отсутствии деюстировки ($\mathrm{tg}\,\beta = 0$, $r_0 = 0$, $r_0' = \alpha$) и проекции отклонений траекторий на плоскости XOZ и YOZ при наличии деюстировки ($\mathrm{tg}\,\beta \neq 0$, $r_0 = 0$, $r_0' = 0$). Положение объекта и значение B_{max} выбирались так, чтобы увеличение было не меньше 60 ×, что хорошо характеризует работу современного объектива отражательного электронного микроскопа. Результаты расчета приведены в таблице.

№ п/п	s/c	C, мм	B_{max}, kGs	Положение объекта относит. центра поля, мм	Положение плоскости изображения Гаусса относит. центра поля, мм	Увеличение	C, мм	C', мм
1	0,5	4	12	1,09	97,2	62×	1,28	1,19
2	1	4	12	0,54	100	62×	1,24	0,74
3	1	4	14	0,19	100,5	70×	1,08	0,17
4	1	1,5	12,6	1,75	195,2	108×	1,57	0,96
5	0	4	12	1,3	101,7	61×	1,26	1,7

Радиус кружка рассеяния, обусловленный отверстной хроматической аберрацией, вычисляется по данным таблицы по формуле

$$\delta r = \alpha C \frac{\Delta\varphi}{\varphi^*}, \tag{12}$$

а размер τ, характеризующий размытие вследствие деюстировки диафрагмы, по формуле

$$\tau = \mathrm{tg}\,\beta\, C' \frac{\Delta\varphi}{\varphi^*}. \tag{13}$$

На рис. 2 в условном масштабе представлена фигура аберрации центрального пучка, выходящего из объекта с углом раскрытия α и с наклоном $\mathrm{tg}\,\beta$ для $s/c = 0$, $c = 4$ мм, $B_{max} = 12$ kGs.

Как видно из таблицы, отверстная хроматическая ошибка в случае больших увеличений меняется незначительно при изменении конструктивного параметра s/c. Смещение τ центра кружка отверстной хроматической ошибки относительно точки изображения Гаусса, связанное с деюстировкой диафрагмы, с уменьшением s значительно возрастает.

Цитированная литература

1. Дер-Шварц Г. В., Радиотехника и электроника, 3, вып. 10, 1315 (1958).
2. Рустергольц А., Электронная оптика, гл. IV, § 8.— ИЛ, 1952.
3. Мензел Д., Основные формулы физики, стр. 372, ИЛ, 1957.

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР

Т. XXIII, № 6 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1959

И. Г. СТОЯНОВА и А. Н. КАБАНОВ

ИССЛЕДОВАНИЕ ПОТЕРЬ ЭНЕРГИИ ЭЛЕКТРОНОВ В ТОНКИХ СЛОЯХ ГАЗОВ

При электронномикроскопических исследованиях объектов в воздухе или газе [1] возникает дополнительное рассеяние электронов на атомах газа, которое может существенным образом влиять как на качество изображения (контрастность, разрешение), так и на процессы, происходящие в объекте (нагревание, ионизация, изменение проницаемости и т. д.). Большую роль при этом играют неупругие процессы рассеяния электронов. Для выяснения их влияния на качество электронномикроскопического изображения были измерены потери энергии электронов в объекте при изменении условий наблюдения, в частности, при помещении объекта в газовую среду, состав и давление которой меняются.

Аппаратура и методика измерений

Схема установки для измерения потерь энергии электронов в тонких слоях газов представлена на рис. 1. Электронный пучок, создаваемый осветительной системой (*1* — пушка и *2* — магнитный конденсор), проходит через камеру объектов, расположенную в магнитной объективной линзе, и попадает на щель линзы-анализатора. Тонкий плоский пучок электронов, вырезанный щелью, разлагается линзой-анализатором в спектр скоростей и регистрируется на фотопластинке. Камера объектов наполнялась различными газами, давление которых можно было менять от $5 \cdot 10^{-3}$ до 760 мм рт. ст. [2]. Изменение давления осуществлялось при помощи несложного коммутационного устройства, измерение — ртутным манометром, соединенным с камерой объектов. Угольно-коллодиевые пленки толщиной 100÷150 Å, плотно прилегая к защитным диафрагмам с очень малым диаметром отверстия (порядка 0,03 мм), создавали газонепроницаемое соединение. Толщина газового слоя, пересекаемого электронами, составляла несколько сотых миллиметра.

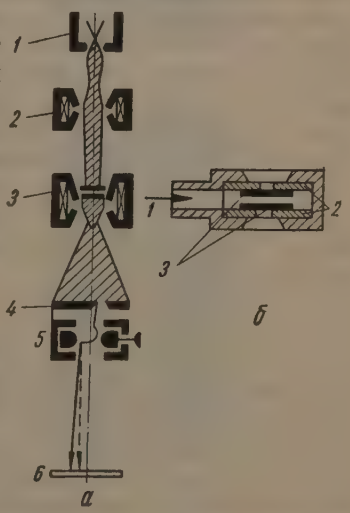


Рис. 1. Схема установки. *а*) *1* — пушка, *2* — конденсор, *3* — камера и объектив, *4* — щель, *5* — линза-анализатор, *6* — фотопластинка; *б*) *1* — слой газа, *2* — диафрагмы, *3* — пленки

Линза-анализатор [3] обеспечивала получение дисперсии 0,15 мм V при ускоряющем напряжении 30÷35 kV. Хроматическая разрешающая способность анализатора при ширине щели 2÷3μ и угловой апертуре электронного пучка в плоскости щели 10^{-4} рад составляла величину порядка

1 : 50000. Калибровка линзы-анализатора осуществлялась при помощи градуировочного эталона, представлявшего собой серию изображений щели, сфотографированных на одной пластинке, при изменении ускоряющего напряжения скачками в 10 V (рис. 2). Фотометрические кривые спектра и градуировочного эталона позволяют достаточно точно оценить величину потерь энергии электронов.

Рис. 2. Градуировочный эталон

Для каждого рода газа предварительно фотографировался энергетический спектр угольно-коллодиевых пленок при давлении остаточных газов в камере $5 \cdot 10^{-3}$ мм рт. ст. При экспозиции 1,5 мин. на спектре проявляются только линии потерь от пленок; линии потерь, обусловленные остаточными газами, из-за слабой интенсивности на фотопластинке не регистрируются. После этого фиксировались энергетические спектры при заполнении камеры газом различного давления. Для каждой серии энергетических спектров фотографировался свой градуировочный эталон.

Результаты измерений

На энергетических спектрах угольно-коллодиевых пленок (рис. 3, *а*) наблюдалась очень тонкая линия, соответствующая потере энергии 6,5eV и широкая полоса потерь с максимумом около 22 eV. Эти значения хорошо согласуются со значениями характеристических потерь энергии электронов в угольной и коллодиевой пленках (6,5 и 22 eV), наблюдаемыми различными исследователями. При наполнении камеры воздухом до давления 120 мм рт. ст. (рис. 3, *б*) и 340 мм рт. ст. (рис. 3, *в*) на широкой полосе появляется тонкая линия потерь 13,7 eV, интенсивность которой при увеличении давления в камере увеличивалась. В случае наполнения камеры гелием до 150 мм рт. ст. наблюдалась интенсивная тонкая линия 24,5 eV и слабая линия 54 eV (рис. 4, *а*). У аргона (рис. 4, *б*) при $p = 150$ мм рт. ст. наблюдается лишь одна линия 15 eV, у сероводорода — две тонкие линии 13,5 и 18,5 eV (рис. 4, *в*; $p = 150$ мм рт. ст.), у водорода 13,5 eV. У кислорода обнаруживается линия потерь 14 eV (рис. 5, *а*, $p = 20$ мм рт. ст.). Однако при увеличении давления до 60 мм рт. ст. эта линия сливается с широкой полосой потерь, максимум которой смещается к 17 eV (рис. 5, *б*). Кроме того, появляется резко выраженная линия потерь 8 eV.

Обсуждение результатов

Измеренные величины потерь энергии электронов в большинстве газов достаточно хорошо совпадают с потенциалами ионизации и не зависят от давления газа. Линии потерь 8 и 17 eV, наблюдаемые при наполнении камеры кислородом, по всей вероятности, обусловлены угольно-коллодиевыми пленками, которые изменили свой химический состав в результате взаимодействия с кислородом. К этому же заключению приводят результаты исследований [4], в которых обнаружены изменения величины характеристических потерь энергии электронов от химического состава пленки.

Соотношение интенсивности упруго и неупруго рассеянных электронов при прохождении сквозь тонкие слои газа различного давления по сравнению с угольно-коллодиевыми пленками изменяется незначительно. Поэтому следует ожидать, что применение такой камеры не снизит существенным образом качества изображения и значительно расширит возможности электронного микроскопа.

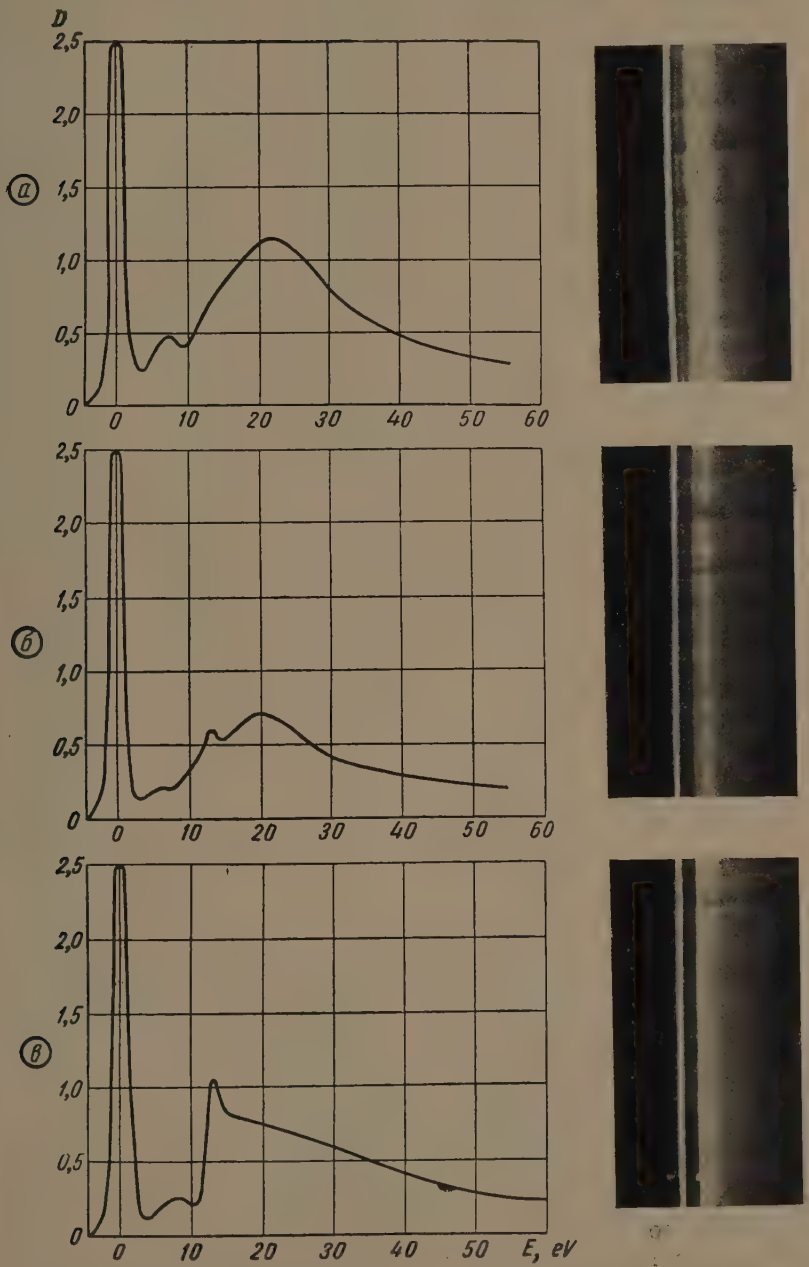


Рис. 3. Микрофотограммы и энергетические спектры электронов, прошедших через камеру: *а* — $p = 5 \cdot 10^{-3}$ мм рт. ст., *б* — $p_{\text{возд}} =$ $= 120$ мм рт. ст.; *в* — $p_{\text{возд}} = 340$ мм рт. ст.

Рис. 4. Энергетические спектры электронов, прошедших через камеру: $а$ — p_{He} = 150 мм рт. ст., $б$ — p_{Ar} = =150 мм рт. ст., $в$ — p_{H_2S} = 150 мм рт. ст., $г$ — p_{H_2} = = 150 мм рт. ст.

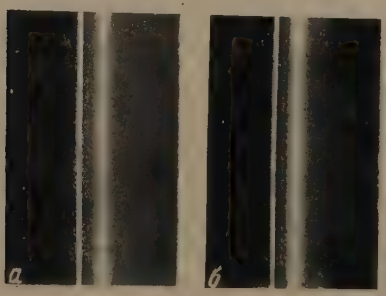


Рис. 5. Энергетические спектры электронов, прошедших через камеру: $а$ — P_{O_2} = 20 мм рт. ст., б — P_{O_2} = 60 мм рт. ст.

Заключение

Установлено, что при наполнении камеры объектов газом на энергетическом спектре обнаруживаются линии потерь, соответствующие потенциалам ионизации данного газа. Интенсивность этих линий возрастает при увеличении давления газа, но отношение числа упруго и неупруго рассеянных электронов при этом практически остается постоянным.

Отсюда следует вывод, подтвержденный нами и экспериментально, что качество электронномикроскопического изображения в случае наполнения камеры объектов каким-либо газом заметно не ухудшается. Кроме того, наличие слоя ионизованного газа вблизи объекта способствует более быстрому снятию зарядов с объекта, улучшает условия его охлаждения и таким образом препятствует его разрушению.

Цитированная литература

1. Стоянова И. Г., Докл. АН СССР, **118**, 325 (1958).
2. Стоянова И. Г., Зайцев П. В., Безлепкин С. В., Авт. свид. № 118563 (1957).
3. Кабанов А. Н., Милютин В. И., Радиотехника и электроника, **4**, 321 (1959).
4. Leder L., Marton L., Phys. Rev., **95**, 1345 (1954); Leder L., Phys. Rev., **103**, 1721 (1956).

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР

Т. XXIII, № 6 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1959

Д. П. ВИНОГРАДОВ

О ВЛИЯНИИ ОБЪЕМНОГО ЗАРЯДА НА ИЗОБРАЖЕНИЕ, ПОЛУЧАЕМОЕ В ЭМИССИОННОМ ЭЛЕКТРОННОМ МИКРОСКОПЕ

Известно, что качество изображения, получающегося в эмиссионном электронном микроскопе, зависит от величины тока эмиссии катода. Если при некотором значении тока получена картина с четкими и резкими границами, то при увеличении тока в несколько раз часто наблюдается ухудшение качества изображения: границы эмиссионных пятен становятся нерезкими, меняется форма эмиссионных центров и все изображение приобретает «облачную» структуру. Обычно этот факт объясняется тем, что при возрастании тока эмиссии происходит увеличение отрицательного объемного заряда перед катодом. Это вызывает ослабление продольной компоненты напряженности электрического поля перед катодом, а так как каждая точка катода отображается в кружок, радиус которого при фиксированной температуре катода обратно пропорционален E_n (E_n — нормальная составляющая напряженности поля у катода), то ухудшение резкости изображения связывается с уменьшением E_n. Из этого делается естественный вывод о том, что для подавления «облачности» необходимо увеличивать, напряженность электрического поля перед катодом [1].

С целью выяснения возможностей этого способа подавления влияния объемного заряда нами были проделаны эксперименты на эмиссионном микроскопе ЭЭМ-75 с двухполюсной системой иммерсионного объектива. Опыты показали. что получить значительное улучшение качества изображения таким оспособом практически невозможно.

На рис.1 и 2 приведены изображения одного участка оксидного катода, полученные, соответственно, при анодном напряжении 2 и 20 kV и токе на анод $2 \cdot 10^{-5}$ А и $3 \cdot 10^{-5}$ А. Видно, что увеличение анодного напряжения в 10 раз (примерно во столько же раз увеличивается и напряженность поля у катода в использовавшейся системе объектива) дает небольшой эффект. Излагаемый ниже подход к эффекту формирования облачной структуры, создающей нежелательную псевдоконтрастность изображения, оказался более плодотворным.

Легко показать, что локальный объемный заряд является типичной микролинзой, действующей аналогично микрогеометрии—микролинзе, возникающей благодаря шероховатости оксидного катода [2]. Фокусирующие свойства этих электрических микролинз обусловлены сильной радиальной составляющей напряженности электрического поля. Можно предположить, что появление «облачной» структуры изображения связано с изменением оптической силы локальных «микролинз» объемного заряда. Если это так, то, очевидно, можно получить качественное изображение при увеличенном токе эмиссии и неизменной разности потенциалов между катодом и анодом, если изменить расстояние между катодом и фокусирующим электродом. Это означает, что плоскость объекта изображения надо совместить с той плоскостью, где электроны фокусируются микролинзами локального объемного заряда в участки наименьшего сечения.

Проделанные эксперименты подтвердили правильность этого предположения. На рис. 3, 4 и 5 приведены изображения одного участка оксидного

катода, полученные при анодном напряжении 20 kV, увеличении 150× и токах на экран и анодную диафрагму, соответственно равных $4 \cdot 10^{-5}$A, $1{,}5 \cdot 10^{-4}$ A и $1{,}3 \cdot 10^{-4}$A. Изменение изображения на рис. 4 по сравнению с рис. 3 аналогично получающемуся при перемещении катода относительно фокусирующего электрода при неизменном токе эмиссии. Снимок рис. 5 получен после отодвигания катода от фокусирующего электрода на 60 μ. Изображение отличается от изображения на рис. 3 наличием новых ярких пятен.

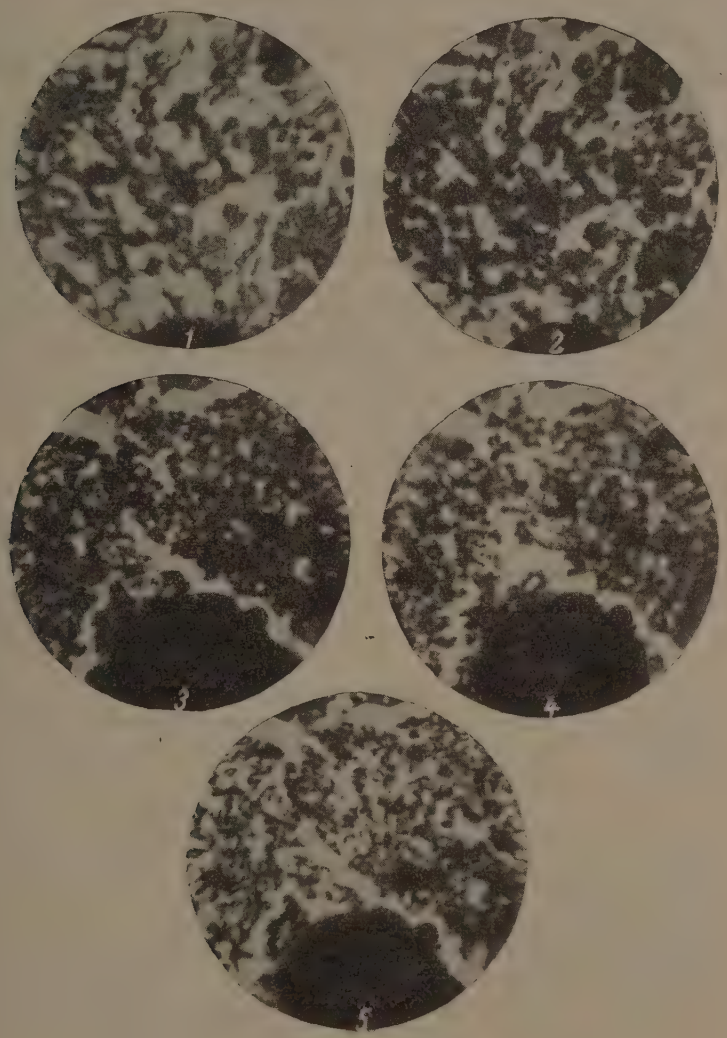


Рис. 1 — 5

Приведенные фотографии с большой убедительностью доказывают, что влияние объемного заряда состоит в изменении оптической силы микролинз, т. е. в изменении радиальной составляющей напряженности электрического поля. Если бы главную роль играло изменение продольной компоненты напряженности поля, то очевидно, что для восстановления прежней эмиссионной картины расстояние между катодом и анодом надо было бы уменьшать (при постоянной разности потенциалов между ними).

Таким образом, подход к облачной структуре, как к эффекту локальных микролинз объемного заряда, позволяет избавиться от

этой нежелательной псевдоконтрастности за счет юстировки оптики прибора, без повышения потенциала анода. Модуляция облачной структуры при изменении плоскости фокусировки микролинз может толковаться и как «обращение» контраста изображения катода.

Как известно, обращение контраста существует при наличии микролинз, обусловленных микрогеометрией катода. Опыты показали, что эффекты, подобные такому обращению, можно наблюдать и при перемещении катода вдоль оптической оси объектива. Это происходит благодаря изменению плоскости фокусировки, без изменения тока эмиссии, из-за локального распределения объемного заряда.

Выражаю благодарность Г. В. Спиваку, под руководством которого была выполнена данная работа.

Физический факультет
Московского гос. университета
им. М. В. Ломоносова

Цитированная литература

1. Электронная микроскопия. Под ред. А. А. Лебедева, гл. VI.— ГТТИ, 1954.
2. Виноградов Д. П., Изв. АН СССР. Сер. физ., **20**, 10 (1956); Спивак Г. В., Дубинина Е. М., Сбитникова И. С., Прямкова И. А., Виноградов Д. П., Радиотехника и электроника, **3**, 1077 (1958).

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР

Т. XXIII, № 6 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1959

А. С. ЛЫКИН и К. А. ПЕЧКОВСКАЯ

ЭЛЕКТРОННОМИКРОСКОПИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ВУЛКАНИЗАТОВ НАТУРАЛЬНОГО И СИНТЕТИЧЕСКИХ КАУЧУКОВ

Электронномикроскопический метод нашел широкое применение при изучении каучуков, резиновых смесей и их вулканизатов [1—7].

В работах [5—7] объектом исследования служили вулканизованные резиновые смеси; исследование производилось методом реплик. Во всех трех работах, несмотря на различие объектов и материала реплик, было установлено наличие тонкой структуры каучуковой фазы вулканизата, состоящей из сферических образований (зерен) различных размеров. Авторы считают, что каждое такое зерно представляет собой свернутую клубком молекулу полимера. Молекулярные веса каучуков, рассчитанные по размерам зерен, хорошо согласуются с ранее полученными значениями.

Особый интерес представляет применение электронного микроскопа для исследования совместимости различных каучуков друг с другом. Изучение термодинамической совместимости каучуков в растворах [8, 9] показало, что совместимыми являются такие каучуки, которые имеют близкие значения когезионной энергии. Однако свойства вулканизатов, изготовленных на основе двух совмещающихся (в растворах) каучуков, не аддитивны свойствам вулканизатов каждого из этих каучуков. Еще большее отклонение от аддитивности имеет место в случае двух термодинамически несовмещающихся каучуков. По-видимому, при смешении твердых каучуков молекулярное совмещение не наступает даже для совместимой в растворе пары. Однако экспериментального подтверждения этого предположения до сих пор не было получено.

В настоящей работе проведено электронномикроскопическое исследование ненаполненных вулканизатов, изготовленных на основе одного или двух каучуков. Исследование производилось методом одноступенчатых кварцевых и угольных реплик, снимаемых с поверхности раздира вулканизованных шайб. Работа выполнялась на модернизованном электронном микроскопе ЭМ-100, с применением осветительной диафрагмы ϕ 0,25 мм и апертурной диафрагмы ϕ 0,05 мм, при электронном увеличении 20 000×.

Вулканизаты на основе одного каучука

Были исследованы ненаполненные вулканизаты, изготовленные на основе натурального, натрий-бутадиенового, бутадиен-стирольного (маслонаполненного) и изопренового каучуков.

На рис. 1 представлена микрофотография кварцевой реплики с вулканизата натурального каучука. Такая же картина была получена и для угольной реплики; следовательно, она присуща объекту (каучуку), а не материалу реплики. На микрофотографии видна тонкая структура, состоящая из зерен разных размеров. Наиболее часто встречаются зерна ϕ 80÷100 Å, а также 160÷200 Å. Диаметр самых маленьких зерен 30÷40 Å. Встречаются также агрегаты размером 1000 Å и более.

Аналогичная структура обнаружена в вулканизатах других исследованных каучуков. В случае маслонаполненного каучука она выражена менее отчетливо; по-видимому, малая контрастность реплик в этом случае объясняется наличием в каучуке значительного количества масла (около 15 %).

Исходя из размеров зерен и принимая удельный вес их равным удельному весу каучука, были рассчитаны молекулярные веса каучуков, кото-

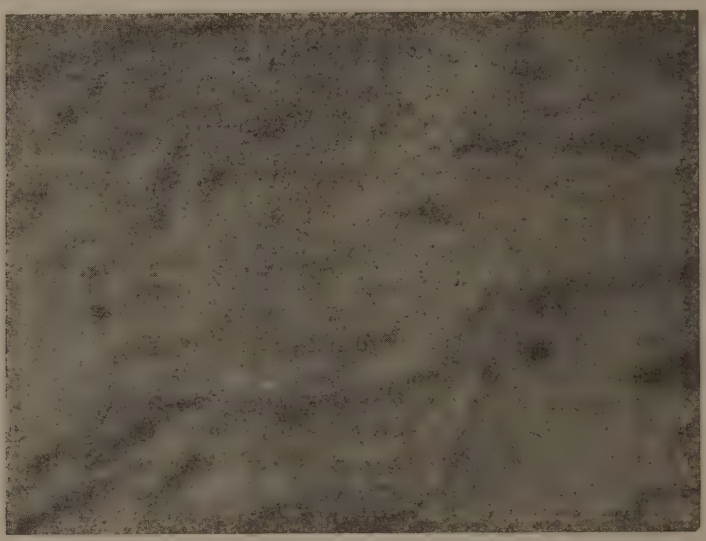


Рис. 1. Кварцевая реплика с вулканизата натурального каучука; 41 000 ×

рые укладываются в интервал 6000÷300 000. Эти значения хорошо согласуются с молекулярными весами каучуков, измеренными другими методами. Тем не менее окончательные выводы о природе обнаруженной тонкой структуры мы считаем преждевременными. Необходимо продолжить эту работу на отдельных, более узких по молекулярному весу, фракциях каучуков.

Вулканизаты на основе двух каучуков

Исследовались вулканизаты, изготовленные на основе следующих пар каучуков:

натуральный + натрий-бутадиеновый (I);
натуральный + изопреновый (II);
натрий-бутадиеновый + бутадиен-стирольный (маслонаполненный) (III);
натуральный + бутадиен-стирольный (IV).

На рис. 2 и 3 представлены микрофотографии кварцевых реплик с вулканизатов I и II. Обе пары каучуков, использованные в этих вулканизатах, относятся к числу термодинамически совместимых, т. е. растворы этих каучуков после смешения не расслаиваются [8]. Однако на микрофотографиях отчетливо видны границы между каучуками, резкие для пары I и более диффузные для II.

Просмотр большого количества препаратов показал, что оба вулканизата содержат множество подобных микронеоднородностей различного размера и формы, расположенных по направлению вальцевания смеси. Количество и размеры микронеоднородностей наибольшие при соотношении каучуков 1 : 1 и уменьшаются по мере увеличения доли одного из них. Очевидно, что при смешении твердых каучуков на вальцах молекулярное совмещение не происходит даже в случае применения термодинамически совместимых каучуков.

Степень совместимости каучуков можно оценить качественно по характеру границ раздела между ними, видимых на микрофотографиях: диффузный характер границы указывает на лучшую совместимость данной пары каучуков по сравнению с другой парой, для которой эта граница очерчена резко.

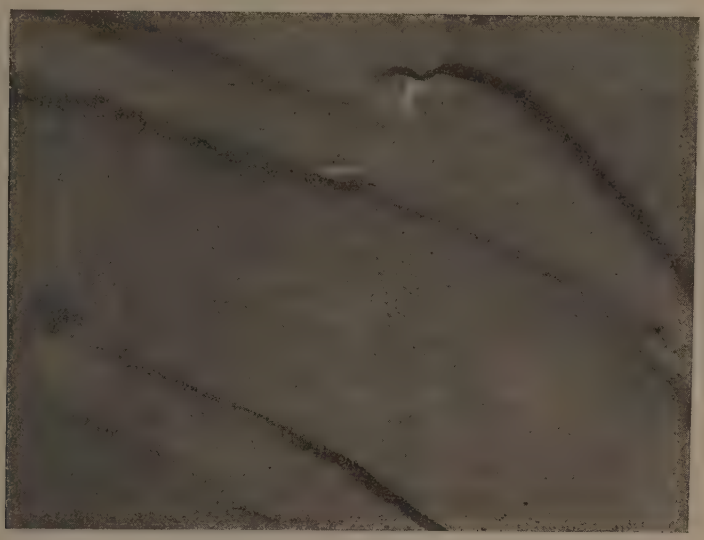


Рис. 2. Кварцевая реплика с вулканизата I; 35 000 ×

Полученные данные указывают также на несовершенство технологического процесса, применяемого для изготовления смесей на основе двух каучуков.

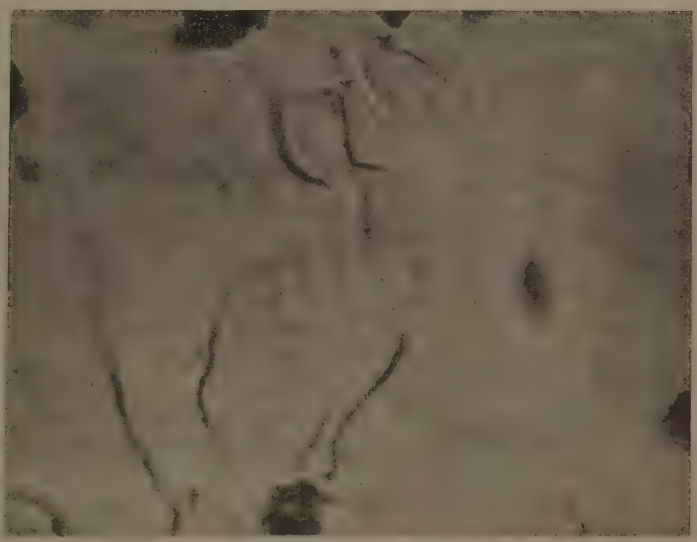


Рис. 3. Кварцевая реплика с вулканизата II; 37 600 ×

Изложенные в работе результаты подтверждают большую эффективность электронномикроскопического метода в изучении тонкой структуры каучуков и их совместимости. Особенное значение этот метод имеет для

решения вопроса о наличии молекулярной совместимости (или о степени совместимости) данной пары каучуков, смешанной в различных технологических условиях.

Следует также отметить целесообразность применения для данной цели одноступенчатых реплик, особенно кварцевых.

Цитированная литература

1. Каргин В. А., Китайгородский А. И., Слонимский Г. Л., Коллоидн. ж., **19**, 131 (1957).
2. Корецкая Т., Автореферат диссертации.— Н.-и. физ.-хим. ин-т им. Л. Я. Карпова, М., 1957.
3. Hall C., Hauser E. a. oth., Industr. and Engng Chem., **36**, 634 (1944).
4. Hauser E., Rubber Age, **78**, 713; 881 (1956).
5. Schoon G., Grasenick F., Докл. на I Конференции по электронной микроскопии стран Азии и Океании,— Токио, 1956.
6. Rochow T., Rochow E., Science, **111**, 271 (1950).
7. Kamagawa H. и др., Тр. 3-й междун. конфер. по электронной микроскопии, стр. 507.— Лондон, 1954.
8. Комская Н. Ф., Слонимский Г. Л., Ж. физ. химии, **30**, 1529; 1746 (1956).
9. Шварц А. Л., Коллоидн. ж., **18**, 755 (1956).

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР

Т. XXIII, № 6 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1959

Г. В. СПИВАК, И. А. ПРЯМКОВА и Э. ИГРАС

О НАБЛЮДЕНИИ ДОМЕНОВ ФЕРРОМАГНЕТИКОВ И СЕГНЕТОЭЛЕКТРИКОВ ПРИ ПОМОЩИ ЭЛЕКТРОННОГО ЗЕРКАЛА

В электронном зеркале существенны две важные особенности: 1) изучаемый объект не бомбардируется заряженными частицами; 2) система обладает высокой чувствительностью к слабым поверхностным полям, так как эти микрополя взаимодействуют с медленными электронами, тормозящимися у электрода отражателя.

Высокая чувствительность прибора отражается на качестве изображения, обеспечивая сильную контрастность картины микрополей, получаемых при помощи электронного зеркала.

Сопоставление метода наблюдения поверхностных микрополей при помощи электронного зеркала [1] с другими электронооптическими способами наблюдения поверхностных микрополей произведено в наших предшествующих работах, в частности в статье [2]. Теоретическое рассмотрение вопроса о разрешающей способности электронного зеркала [3] для некоторых видов микрополей позволяет надеяться на получение более высокой разрешающей способности — порядка десятков ангстрем, что много выше возможностей оптического микроскопа.

Однако следует учитывать то обстоятельство, что сильные фокусирующие электрические макрополя могут подавлять относительно слабые поверхностные микрополя. Это явление нами наблюдалось для эмиссионных систем и более подробно обсуждено в [2]. Ясно, например, что выявление микрогеометрии при помощи электронного зеркала может идти при сколь угодно больших фокусирующих полях, так как это микрополе расположено в непосредственной близости от электрода, где структура эквипотенциалей задана микрогеометрией и линейно меняется с изменением ускоряющего потенциала у поверхности отражающего электрода. Существенно различие в механизме формирования контрастности в случае электрических и магнитных микрополей. Во втором случае контрастность формируется лишь нормальной составляющей локального магнитного поля [4], взаимодействующей с радиальной составляющей электронного пучка, создаваемого пушкой.

При оценке качества изображения, получаемого в электронном зеркале, следует дополнительно учитывать ряд обстоятельств. Влиять на величину контраста для любых микрополей может и объемный заряд, возникающий из-за торможения пучка и его движения в обоих направлениях. Кроме того, приближающийся к электроду медленно движущийся электрон взаимодействует с полем не только в одной точке зеркального электрода, а с целой областью, размером порядка переменного расстояния электрона до зеркального электрода. Радиус этой области делается меньше, и контрастность в разрешении мелких деталей улучшается, если пучок электронов резко тормозится у катода зеркала, где, естественно, больше и действующее поле. Отметим, что в эмиссионных системах медленный электрон испускается самой поверхностью и, прежде всего, проходит область сильного поля, что резко уменьшает размеры вышеуказанной области и обес-

печивает высокую контрастность и, следовательно, богатство деталями наблюдаемой картины изучаемого микрополя.

Такая система была осуществлена в нашей лаборатории для наблюдения доменов монокристалла кобальта при помощи фотоэлектронов и позволила получить изображения, не уступающие по качеству порошковым фигурам [5]. Необходимость очувствления поверхности и высокие требования к качеству вакуума из-за наличия фотокатода усложняют применение фотоэмиссионной методики. Широкие возможности дальнейшего исследования предоставляет электронное зеркало, дающее возможность наблюдать микроструктуру полей, созданных микрогеометрией поверхностей, электрическими и магнитными доменами в любых термических условиях при наличии переменных полей и без очувствления поверхности.

Наблюдение доменной структуры монокристаллов ферромагнетиков в электронном зеркале с осевой симметрией

В 1955 г. в нашей лаборатории была впервые показана возможность создания магнитного контраста в электронном зеркале и при помощи этого прибора наблюдалась сложная структура доменов на гексагональной плоскости монокристалла кобальта [1]. В описанной конструкции зеркала поток электронов дважды искривлялся поперечным магнитным полем для разделения электронов пучка, идущего от пушки, и потока электронов, возвращающихся обратно, несущих изображение магнитной неоднородности.

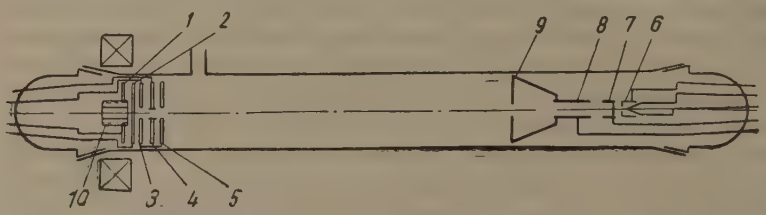


Рис. 1. Устройство электронного зеркала с осевой симметрией: *1* — *5* — электроды зеркала, *6* — *9* — электронная пушка (*9* — флюоресцирующий экран), *10*—объект

Наличие при использовании магнитного поля косых пучков электронов и трудности юстировки системы электродов зеркала вели к значительным аберрациям электронно-оптической системы. Поэтому в дальнейших экспериментах мы перешли к конструкциям электронного зеркала, обладающего осевой симметрией, без применения отклоняющего магнитного поля; в таких конструкциях вышеупомянутые недостатки могут быть сведены к минимуму.

В стеклянной модели электронно-оптическая система зеркала и пушки располагаются на оптической оси (рис. 1). Анодная диафрагма пушки непосредственно скреплена с экраном, имеющим отверстие на оси. Сформированный пушкой электронный пучок попадает через отверстие в экране в пространство между экраном и оптической системой зеркала, где идет без ускорения. Попав в замедляющее поле зеркала (электроды *1*—*5*), электронный пучок полностью теряет скорость и модулируется локальным полем области, в которую попал. Затем, меняя первоначальное направление движения на обратное и ускоряясь тем же полем, которым ранее замедлялся, пучок идет по направлению к экрану. В этом случае электронно-оптическая система зеркала формирует изображение микрополей на отражающем электроде.

В области отражающего электрода электроны двигаются с очень малыми скоростями. Вследствие этого они весьма чувствительны к слабым элект-

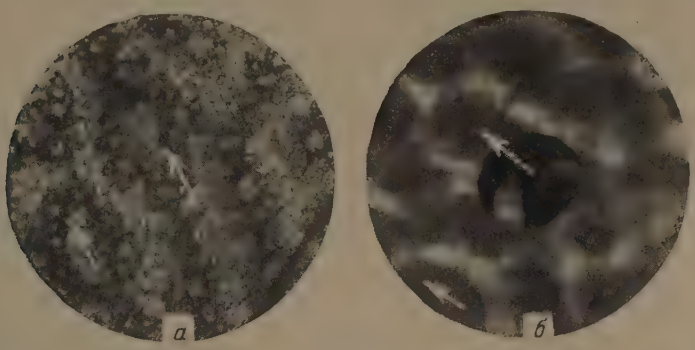


Рис. 2. Порошковые фигуры (*а*) и электронноoптическое изображение (*б*) доменов на гексагональной плоскости монокристалла кобальта; 100 ×

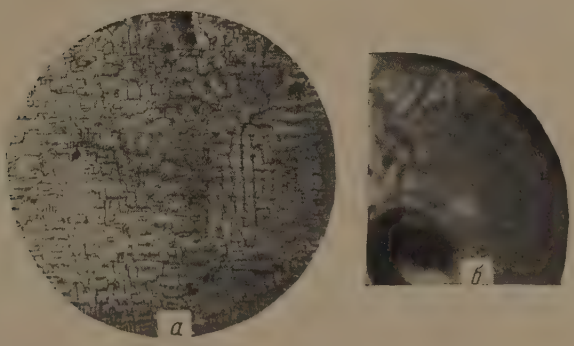


Рис. 3. Порошковые фигуры (*а*) и электронноoптическое изображение (*б*) доменов на монокристалле железа «Богуславка»; 70 ×

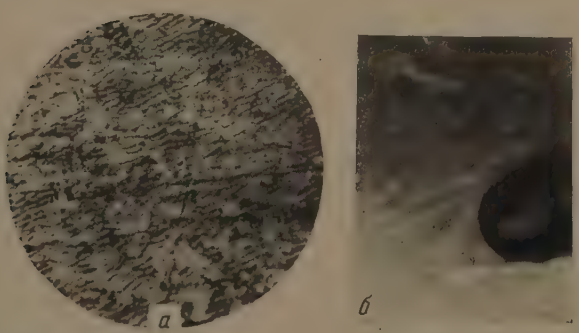


Рис. 4. Порошковые фигуры (*а*) и электронноoптическое изображение (*б*) доменов на кремнистом железе; 100 ×

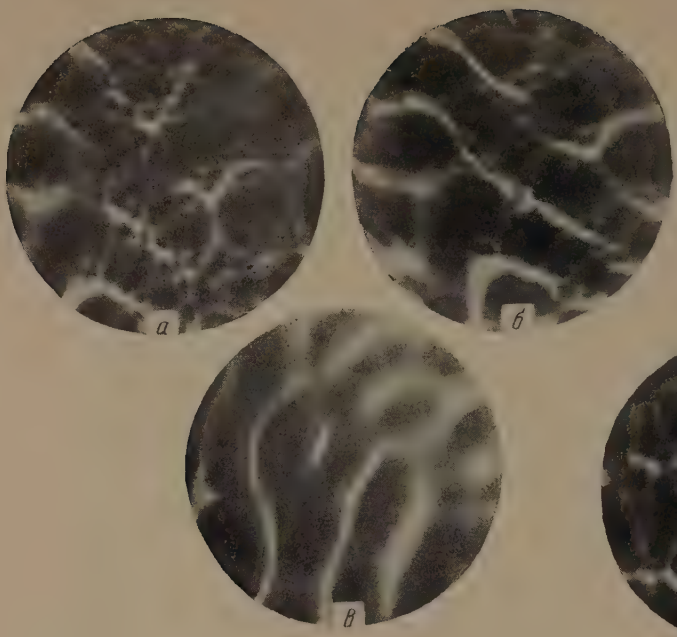


Рис. 5

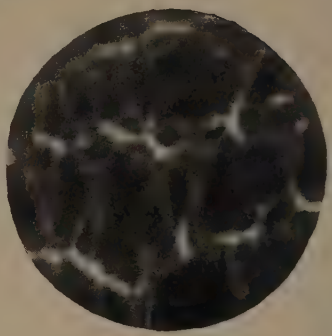


Рис. 6

Рис. 5. Изменение электронноoптической картины доменной структуры у кобальта при изменении подмагничивающего поля. Увеличение 200× и 300×

Рис. 6. Доменная структура на гексагональной плоскости у кобальта; 400×

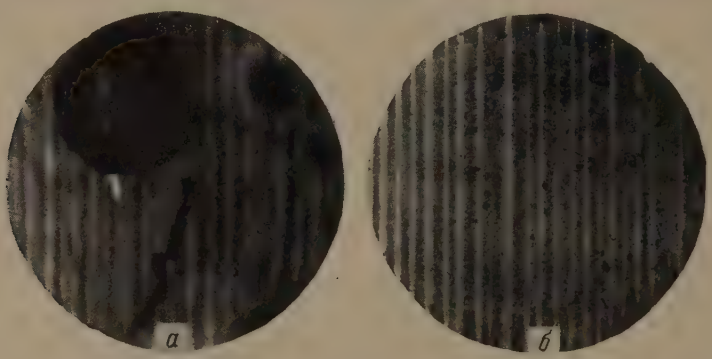


Рис. 7. Электронноoптическая (*а*) и оптическая (*б*) картины доменной структуры титаната бария; 200 ×

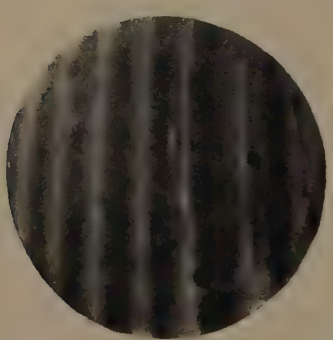


Рис. 8

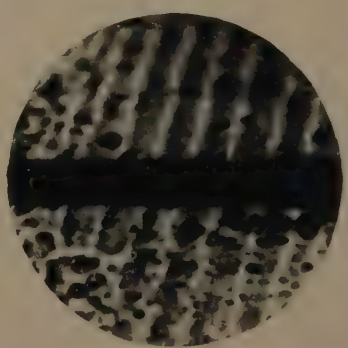


Рис. 9

Рис. 8. Электронноoптическое изображение доменной структуры титаната бария; 800 ×

Рис. 9. Электронноoптическое изображение доменной структуры титаната бария; стык двух областей поляризации 150×

рическим и магнитным микрополям. Потенциальный рельеф отражающего электрода может быть создан неоднородностями как геометрического характера, так и каким-либо образом заданного на катоде электрического поля. Как показано ниже, электронное зеркало позволяет также наблюдать доменную структуру сегнетоэлектрика $BaTiO_3$.

Не останавливаясь более подробно на наблюдении в электронном зеркале геометрических неоднородностей, заметим лишь, что геометрия отражающего электрода отображается очень хорошо, а возможность плавного изменения увеличения делает наблюдение удобным.

Хотя механизмы формирования контрастности изображений порошковых фигур в оптическом микроскопе и доменной структуры в электронном зеркале различны, следует все же ожидать известного соответствия между обеими картинами. Как и в предшествующей работе [1], и в настоящей статье такое сопоставление имело место.

В появившейся в 1957 г. работе [4] утверждается, что в [1] нами наблюдалась не доменная структура монокристалла кобальта, а его микрорельеф. Это утверждение не соответствует действительности: качество полировки тщательно проверялось разными способами, и никаких сомнений в том, что нами действительно тогда наблюдалась доменная структура, не остается. Для большей убедительности, на том же образце, что и в 1955 г., были еще раз сопоставлены изображения порошковых фигур и изображения доменов на базисной плоскости монокристалла в электронном зеркале (рис. 1). Эти изображения на рис. 2,*а* (порошковое) и 2,*б* (электронное зеркало) в областях, отмеченных стрелками, обнаруживают столь большое сходство, что служат новым подтверждением данных работы [1].

По мнению автора [4], на оси электронного пучка картина должна иметь минимальные подробности в силу равенства нулю радиальной составляющей начальной скорости электрона, что ведет к потере контрастности изображения. Нами же [1] отмечалось, что в центре и з о б р а ж е н и я наблюдаются бóльшие подробности. Это утверждение остается справедливым, так как центральная часть картины из-за искривления эквипотенциальных поверхностей соответствует наибольшему приближению электронов к отражательному электроду, т. е. к области наиболее сильного локального поля магнитной микролинзы. В работе [1] указано также, что эксперименты велись с слабо расходящимся электронным пучком, что, естественно, означает наличие радиальной составляющей скорости, необходимой для получения магнитного контраста [4]. Нам представляется, что не следует считать идентичными картину, соответствующую оси пучка с центром любого изображения доменной структуры на фотографии.

В заключение дискуссии нам хотелось бы отметить, что введенное в [1] понятие магнитного контраста для зеркала было впервые экспериментально продемонстрировано на искусственной модели за 2 года до появления статьи [4], в которой, кстати, применен тот же способ последовательного чередования магнитного и немагнитного слоев, что и в работе [1].

Однако мы должны отметить, что в работе [4] дано дальнейшее развитие метода электронного зеркала, обладающего магнитным контрастом для наблюдения доменных структур ферритов, и вместе с тем обращено внимание на важную роль нормальной составляющей магнитного поля при формировании контрастности изображения.

В электронном зеркале с осевой симметрией нами были получены электронооптические изображения доменной структуры метеоритного железа «Богуславка» (рис. 3, *б*) и кремнистого железа (рис. 4,*б*). Соответствующее сопоставление рис. 3,*б* с изображением доменной структуры методом порошков (рис. 3,*а*) позволяет обнаружить сходство рисунка в указанном стрелкой месте. На рис. 4,*а* и *б* точное сопоставление отдельных мест затруднительно. Однако известное сходство обоих типов изображений можно усмотреть.

Возможность наблюдать за изменением изображения при плавном изменении подмагничивающего поля представляет большой интерес. Подмагничивание образцов производилось катушкой, надеваемой снаружи на трубку. По мере увеличения подмагничивающего поля (рис. 5) сперва исчезают мелкие детали, сгущаясь в яркие линии. Наконец, при сильных полях видны лишь четкие линии, ограничивающие отдельные области; правда, эти линии не одинаковы по яркости. Вакуум в приборе был $5 \div 8 \cdot 10^{-7}$ мм рт. ст., максимальное анодное напряжение 7 kV. В качестве электронной пушки использовалась высоковольтная осциллографическая пушка. Потенциалы на электродах пушки выбирались оптимальными и в процессе работы не менялись. Диаметр пучка, даваемого пушкой в области первой диафрагмы (электрод *5* рис. 1) электронооптической системы зеркала, был равен 1 мм. Потенциалы и конструкция электронооптической системы зеркала, естественно, весьма существенно сказывались на изображении: на его качестве, контрастности и увеличении. Потенциал отражателя — катода чаще всего был нулевым или с небольшим сдвигом в область отрицательных напряжений относительно потенциала катода пушки.

Нами была создана также конструкция электронного зеркала и в металле; она представляет собой вакуумную колонну, содержащую электронную пушку, электронооптическую систему зеркала и флуоресцирующий экран. Наблюдение и фотографирование велись, как и в стеклянной конструкции, со стороны, под углом к экрану, через смотровое окно. В электрической схеме предусматривалась подача малых отрицательных смещений на катод-отражатель зеркала относительно катода пушки, а также плавное изменение напряжения на среднем электроде зеркальной системы. Максимальное рабочее напряжение было равно 25 kV; вакуум — $(5 \div 7) \cdot 10^{-5}$ мм рт. ст. Электронооптическое увеличение плавно менялось от 25 до 250×. В качестве электронооптической системы зеркала использовалась пушка просвечивающего микроскопа ЭСМ-50, где были изменены расстояния между электродами, форма среднего электрода, а также система изоляции вводов и электродов. В качестве электронооптической системы пушки зеркала была использована пушка электронографа ЭМ-4. Использовались и другие детали электронографа: колонна, система вакуумных переходов, высоковольтный выпрямитель и система блокировки.

При наблюдении доменной структуры в таком приборе у кобальта (рис. 6) были получены большие полезные увеличения, чем в стеклянной конструкции. Следует отметить, что качество изображения на фотографиях много хуже, чем визуальное на экране, так как фотографирование ведется под углом и с экрана. Поэтому многие мелкие детали (дополнительные, значительно меньшие по интенсивности, линии, неоднородность их по интенсивности) на фотографиях не видны.

Наблюдение доменной структуры сегнетоэлектриков

Электронное зеркало дает также новый метод наблюдения доменной структуры сегнетоэлектриков. Нами наблюдалась доменная структура *X*-среза титаната бария; сравнение ее электронооптических изображений (рис. 7,*а*) с изображением в поляризационном микроскопе (рис. 7,*б*) обнаруживает сходство обоих методов.

Монокристалл титаната бария был подобран с чистой гладкой поверхностью, что проверялось в металлографическом микроскопе. В установке ВУП-1 на образец напылялся тонкий слой германия. Благодаря полупроводниковому покрытию на поверхность монокристалла можно было подавать нужные напряжения.

Полученные изображения представлены на рис. 8 и 9. Черные пятна на изображении связаны с зарядкой германия и осаждением паров масел.

* * *

Дальнейшее улучшение конструкции электронного зеркала, обладающего осевой симметрией, представляет несомненный интерес. Прообразом такого «прямого» зеркала является электронноoптический зеркальный преобразователь [6], который затем видоизменялся и использовался как зеркальный микроскоп [7].

Развитие и совершенствование метода наблюдения микрополей при помощи электронного зеркала представляется весьма перспективным, так как наблюдение в нем производится не косвенно, а прямо, ибо оно осуществляется благодаря взаимодействию изучаемого микрополя с электронным пучком.

Физический факультет
Московского гос. университета
им. М. В. Ломоносова

Цитированная литература

1. Спивак Г. В., Прилежаева И. Н., Азовцев В. К., Докл. АН СССР, **105**, 965 (1955).
2. Спивак Г. В., Канавина Н. Г., Сбитникова И. С., Прилежаева И. Н., Домбровская Т. Н., Азовцев В. К., Изв. АН СССР. Сер. физ., **21**, 1177 (1957); Спивак Г. В., Любченко В. И., см. настоящий номер, стр. 697.
3. Wiskott D., Optik, **13**, 463 (1956); **13**, 481 (1956).
4. Mayer L., J. Appl. Phys, **28**, 975 (1957).
5. Спивак Г. В., Домбровская Т. Н., Седов Н. Н., Докл. АН СССР, **113**, 78 (1957).
6. Dechend W., Das Elektron in Wissenschaft und Technik, № 4 (1949); Муляров М. Я., Электроннолучевые приборы. — Госэнергоиздат, Москва, 1954.
7. Mayer L., J. Appl. Phys., **26**, 1228 (1955).

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР

Т. XXIII, № 6 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1959

И. С. СБИТНИКОВА, Г. В. СПИВАК и И. М. САРАЕВА

ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ ТЕМПЕРАТУРНЫХ ИЗМЕНЕНИЙ МАГНИТНОЙ МИКРОСТРУКТУРЫ ФЕРРОМАГНЕТИКОВ

В предшествующих работах нашей лаборатории [1, 2] описан электронооптический метод, позволяющий получать при помощи вторичных электронов картину магнитных микрополей, температурных волн и доменов на плоской поверхности отображаемого объекта. Было получено изображение доменной структуры на плоскости (0001) монокристалла кобальта. Однако, несмотря на то, что магнитные поля доменов на этой плоскости довольно велики ($H \sim 10^4$ Oe), изображение было относительно невысокого качества и малоконтрастно.

Основной задачей дальнейших экспериментов, описанных в настоящей работе, явилось развитие предложенной ранее методики наблюдения магнитных микроструктур: изыскание способов повышения контрастности изображения и оценка чувствительности применяемой системы. Особый интерес представляет изучение возможности применения вторично-эмиссионного микроскопа для наблюдения динамики термических процессов, происходящих в ферромагнитных материалах.

В результате проведенной работы выяснен ряд условий, которым должен удовлетворять вторично-эмиссионный микроскоп, предназначенный для изучения магнитной микроструктуры ферромагнетиков. Установлено, что электрическое ускоряющее поле у катода «подавляет» эффект фокусировки электронов магнитными микролинзами [3]. Вследствие этого его величину необходимо ограничить (15÷20 kV $см^{-1}$) . Кроме того, электроны или ионы первичного пучка при попадании на объект должны обладать небольшой энергией, чтобы исследуемая поверхность не подвергалась нагреванию или разрушению, что чрезвычайно важно при наблюдении доменной структуры.

В работах Молленштедта и его сотрудников [4] отмечено, что при наблюдении поверхности металла во вторично-эмиссионном микроскопе может быть достигнут хороший результат с разрешением $\delta \sim 500$ Å, в том случае, когда вторичные электроны высвобождаются первичным пучком ионов с энергией порядка 45 keV.

Однако, как пишут сами авторы, тонкая структура поверхности видна только в первые минуты после включения ионной пушки, пока травление исследуемой поверхности еще невелико. Применение для получения вторичных электронов первичного пучка относительно более легких электронов [5] уменьшает эффект травления поверхности, но при энергии первичного пучка в 15 keV на облучаемой поверхности осаждаются углеродистые пленки.

Кроме того, использование быстрых электронов первичного пучка несколько понижает контрастность изображения магнитного микрополя.

Таким образом, для наблюдения доменной структуры устройства, описанные в работе [6], не могут быть применены: необходимо использовать первичные пучки электронов со значительно меньшими скоростями, энергия которых могла бы изменяться от десятков до нескольких сотен

электроновольт. Была обнаружена сильная зависимость магнитной контрастности от угла падения первичного пучка: при уменьшении этого угла контрастность возрастает. Наши эксперименты показывают, что отсутствие ориентации по направлению скоростей у первичных электронов приводит к полному уничтожению магнитной контрастности при отображении с помощью вторичных электронов.

Вторично-эмиссионный микроскоп, применяемый в данной работе, был аналогичен описанному ранее [2]. Угол между нормалью к поверхности вторичного эмиттера и осью пушки, которая дает первичный пучок электронов, составлял приблизительно 30°.

Максимальное анодное напряжение не превышало 10 kV. В качестве фокусирующей системы использовалась магнитная панцирная линза. Магнитное поле линзы одновременно служило и для подмагничивания образца. Увеличение оптической силы магнитной линзы и дополнительная юстировка системы позволили повысить качество изображения.

На рис. 1,*а* представлено вторично-электронное изображение магнитных включений на полированной поверхности стали (ускоряющее напряжение 5 kV, скорость первичного пучка 200 V, фокусирующее магнитное поле 2400 Oe). Магнитные мартенситные иглы изображаются на рисунке темными участками, а немагнитные области (аустенит) — более светлыми. Это подтверждает предложенный нами ранее механизм формирования магнитного контраста (электроны расходятся из участков с большей напряженностью магнитного поля [2]). На рис. 1,*б* для сравнения приведена фотография того же участка стали, полученная при помощи металл-микроскопа. Мартенситные иглы выявлены здесь порошковым методом, магнитным областям соответствуют, как и на рис. 1,*а*, темные участки (места скопления ферромагнитных порошинок). Увеличение на обеих фотографиях одинаково (55×). Подобие обоих снимков хорошее. Это указывает на отсутствие каких-либо специфических искажений при отображении во вторично-эмиссионном микроскопе магнитных микрополей.

На рис. 2 приведено электронно-оптическое изображение того же участка стали, что и на рис. 1, *а* (при том же режиме и увеличении), но сделанное во вторично-эмиссионном микроскопе, применяющемся в наших первоначальных работах [2]. Резкое повышение качества изображения на рис. 1, *а* по сравнению с рис. 2 вызвано частичным устранением аберраций первого порядка, связанных с несоосностью электронооптической системы.

Для полного устранения этих аберраций необходимо перейти к работе с цельнометаллической конструкцией вторично-эмиссионного микроскопа. Такой прибор, пригодный для наблюдения магнитных микрополей, нами разрабатывается; первый вариант его конструкции описан в работе [6]. Он использовался для установления связи между геометрией и термоэмиссией катодов. Надо, впрочем, отметить, что уже на основе изображения, полученного в стеклянной модели, оказалось возможным выяснить, насколько данный метод применим для наблюдения процессов температурного воздействия на магнитную микроструктуру ферромагнетиков.

Наиболее интересно приложение этого метода к изучению температурных изменений у доменов. В этом случае наблюдения при помощи порошкового метода встречают затруднения (низкая температура кипения суспензии, температурная зависимость намагничения частиц порошка). В случае применения сухого порошка исчезает возможность наблюдения динамики процесса.

При наблюдениях же, проводимых с помощью электронов, интервал изменения температур практически не ограничен. Так как исследования ведутся в высоком вакууме, то не происходит окисления изучаемой поверхности.

Для исследования была выбрана плоскость (0001) монокристалла кобальта (размер поверхности 3 × 3 мм, высота образца 2 мм). Ход температурной зависимости магнитной анизотропии [7] показывает, что система доменов на этой плоскости должна резко изменяться с температурой. Из «разомкнутой» доменная структура превращается в «замкнутую» при температурах выше 250°. Действительно, такая перестройка наблюдалась в ряде экспериментальных работ [8].

Для проведения таких наблюдений в конструкцию объектодержателя микроскопа были внесены изменения. Покрытая аллундом вольфрамовая спираль, служащая для нагревания, охватывала образец с двух боковых сторон. Температура измерялась термопарой хромель—алюмель, заключенной в керамические трубочки. Контакт осуществлялся введением головки термопары в специальное углубление, сделанное в нижней поверхности образца (рис. 3). Нагревание образца от 20° до 300° производилось медленно, в течение 5—6 час.

Поверхность монокристалла кобальта механически полировалась. Изображение доменов плоскости (0001) монокристалла кобальта наблюдалось на экране вторично-эмиссионного микроскопа. Фокусирующей системой служила магнитная панцирная линза с максимальным магнитным полем $H = 2400$ Oe. Монокристалл кобальта был расположен в участке разрыва полюсных наконечников линзы, где магнитное поле равнялось 300 Oe.

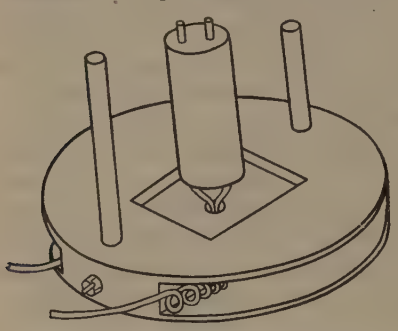


Рис. 3 Схематическое изображение объектодержателя с термопарой

На рис. 4,*а* демонстрируется доменная структура при комнатной температуре, на рис. 4,*б* — магнитная микроструктура объекта при 200°. Из сравнения этих фотографий видно, что при увеличении температуры размеры фигур на электронно-оптическом изображении возрастают, а их контрастность падает. Это можно объяснить уменьшением полей рассеяния и укрупнением доменов с ростом температуры. Картину доменной структуры удалось наблюдать на экране микроскопа вплоть до температуры объекта $T = 240°$. Снимок, сделанный при этой температуре (рис. 4,*в*), показывает, что изображение микрополей исчезло, видна лишь полированная поверхность объекта. Все фотографии получены при одинаковом увеличении 50×, напряжении на аноде 5 kV и скорости первичного пучка 400 V. Вакуум в течение всего опыта контролировался и был равен $1 \cdot 10^{-5}$ мм рт. ст.

Известно, что в электронноoптических системах при нагревании и облучении объектов электронами на поверхности образца могут образовываться пленки, искажающие электроннoптическое изображение и снижающие его контрастность. Поэтому после охлаждения монокристалла вторично-электронное изображение доменов было сфотографировано еще раз. Оказалось, что доменная структура во время нагревания не изменилась. Наблюдение поверхности образца в металл-микроскопе после проведения опыта также указало на отсутствие каких-либо загрязнений.

Таким образом, было показано, что вторично-эмиссионный микроскоп обладает значительной чувствительностью, позволяющей наблюдать изменения доменной структуры при повышении температуры и дающей возможность исследовать доменную структуру грани (0001) монокристалла кобальта вплоть до $T \approx 240°$.

Физический факультет
Московского гос. университета
им. М. В. Ломоносова

Вклейка V *К докл. Сбитникова, Г. В. Спивака и И. М. Сараевой*

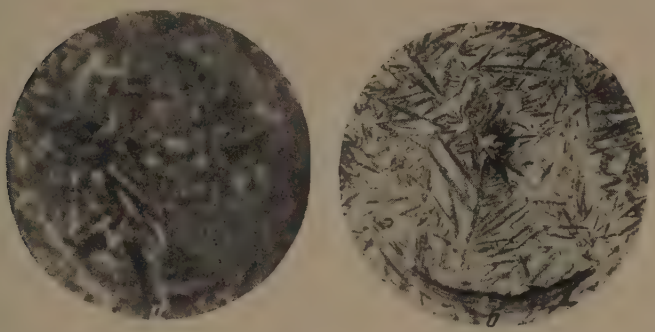


Рис. 1. Изображение мартенситных игл стали одного и того же участка образца: *а*—во вторично-эмиссионном микроскопе; 55×, *б* — порошковые фигуры, сфотографированные в металлмикроскопе; 55×

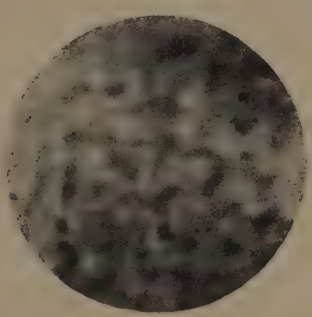


Рис. 2. Снимок магнитной структуры мартенситной стали, полученный в первоначальной конструкции вторично-эмиссионного электронного микроскопа; 55×

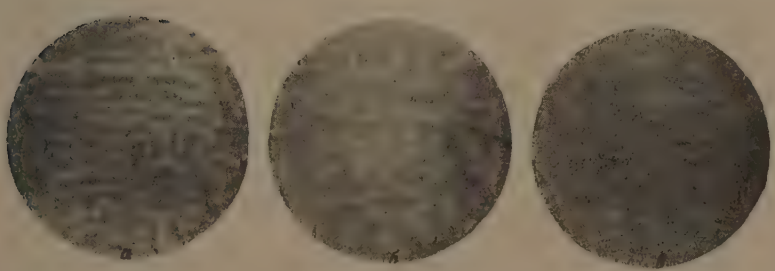


Рис. 4. Изменение доменной структуры плоскости (0001) монокристалла кобальта в зависимости от температуры. Изображение получено во вторично-эмиссионном микроскопе; 50 ×: *а*—$T = 20°$, *б* — $T = 200°$, *в* — $T = 240°$

К докл. Ю. И. Смолина и А. И. Кареловой (стр. 738—740).

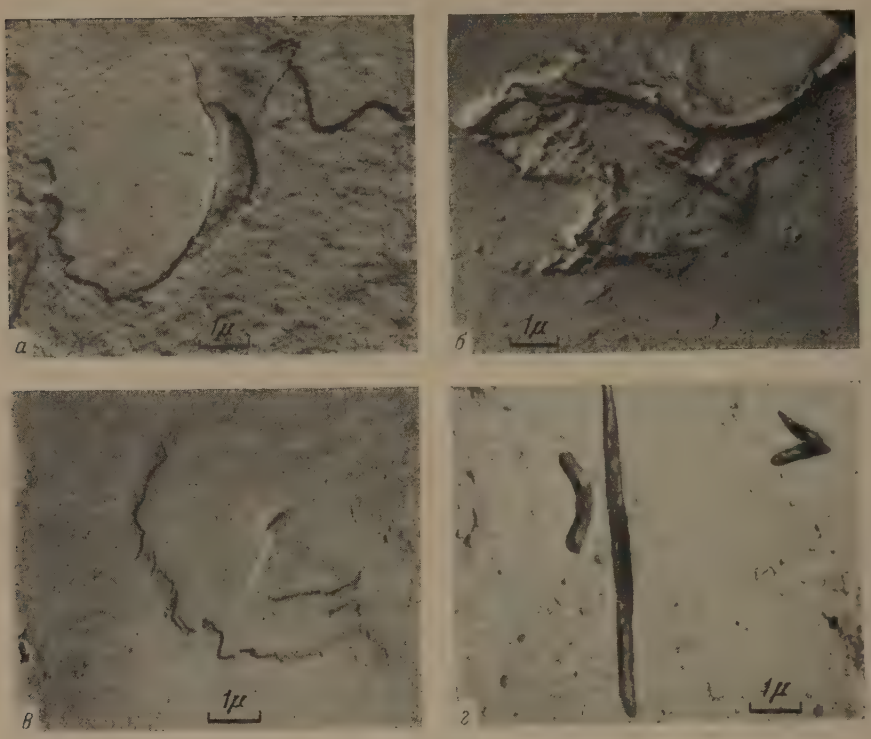


Рис. 2. Различные виды разрушений в поверхностном слое шлифованного стекла; 8000 ×: *а* — первая стадия полировки — появление полированных участков, *б* и *в*—оставшиеся от шлифовки выколки различного вида, *г* — трещины

К докл. В. Е. Юрасовой, Г. В. Спивака и Ф. Ф. Кушнира (стр. 744—749)

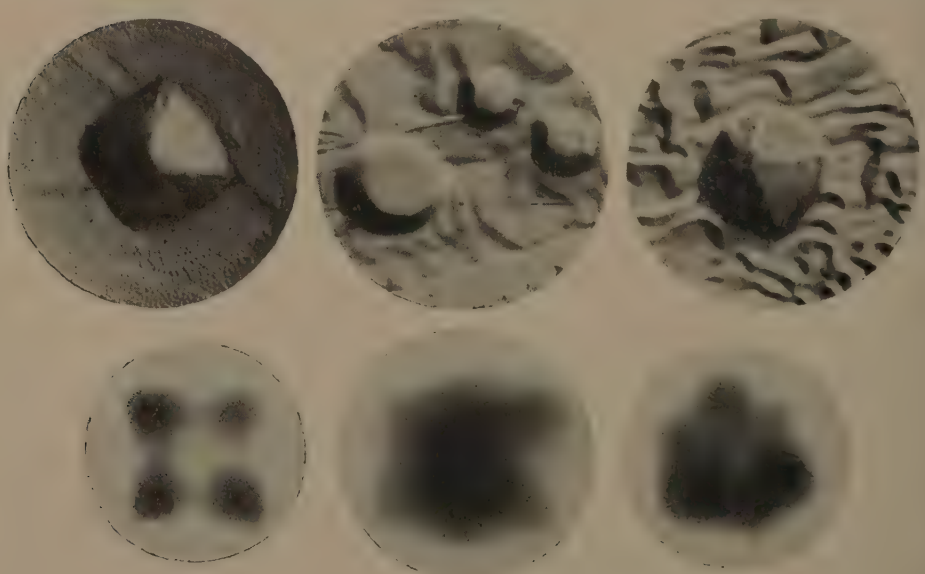


Рис. 5. Ориентированные углубления, возникающие при ионном травлении на гранях (*а* — (100), *б* — (110) и *в* — (111)) монокристалла меди (вверху) и фигуры, образующиеся при осаждении распыленных с этих граней частиц на слюдяном экране, расположенном параллельно распыляемой поверхности (внизу) (переход между отдельными пятнами осадка не удалось воспроизвести четко на клише)

Цитированная литература

1. Спивак Г. В., Канавина Н. Г., Чернышев И. Н., Сбитникова И. С., Докл. АН СССР, **92**, 541 (1953); Спивак Г. В., Канавина Н. Г., Сбитникова И. С., Домбровская Т. Н., Докл. АН СССР, **105**, 706 (1955).
2. Спивак Г. В., Домбровская Т. Н., Докл. АН СССР, **106**, 39 (1956).
3. Спивак Г. В., Канавина Н. Г., Сбитникова И. С., Прилежаева И. Н., Домбровская Т. Н., Азовцев В. К., Изв. АН СССР. Сер. физ., **21**, 1177 (1957); Спивак Г. В., Любченко В. И., см. настоящий номер, стр. 697.
4. Möllenstedt G., Düker H., Optik, **10**, 192 (1953); Möllenstedt G., Hubig W., Optik, **11**, 528 (1954).
5. Bayh W., Z. Phys., **150**, 10 (1958).
6. Сбитникова И. С., Спивак Г. В., Дубинина Е. М., Фетисов Д. В., ПТЭ, *5*, 78 (1958).
7. Бозорт Р., Ферромагнетизм.— И. Л., Москва, 1956.
8. Andrä W., Ann. Phys., **17**, 233 (1956); Кацзер Я. Изв. АН СССР. Сер. физ., **21**, 1170 (1957); Blackman M., Grünbaum E., Nature, **180**, 1189 (1957).

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР

Т. XXIII, № 6 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1959

Ю. И. СМОЛИН и А. И. КОРЕЛОВА*

ИССЛЕДОВАНИЕ ШЛИФОВАННОЙ ПОВЕРХНОСТИ СТЕКЛА И НЕКОТОРЫХ ПОЛИРУЮЩИХ ПОРОШКОВ ПРИ ПОМОЩИ ЭЛЕКТРОННОГО МИКРОСКОПА

Применение электронного микроскопа для исследования тонко шлифованных и полированных поверхностей стекла позволяет получить данные о строении разрушенного слоя стекла и сделать некоторые заключения о механизме процесса полировки. Работы в этом направлении развиваются в лаборатории холодной обработки силикатов, руководимой Н. Н. Качаловым. На электронном микроскопе ЭМ-3 нами были исследованы при помощи полистиролкварцевых реплик поверхности стекол, шлифованные различными абразивными порошками, а затем полированные крокусом в течение различных промежутков времени.

Наиболее характерные из полученных электронных микрофотографий исследуемых поверхностей приведены на рисунках. Рис. 1 показывает тонкошлифованную песком М20 (20÷14 μ) поверхность стекла, обладающую сложным рельефом. Центральную часть снимка занимает большая выколка (диаметром около 7 μ) с характерным для хрупких тел раковистым изломом. В глубине выколки видны пересекающиеся друг с другом трещины. Следует заметить, что микрофотографии, полученные при помощи светового микроскопа, позволяют судить лишь об общем характере шлифованной поверхности: детали строения ускользают от наблюдения из-за малой (по сравнению с электронным микроскопом) глубины резкости объектива и небольшого увеличения.

На ряде следующих снимков, выполненных при помощи электронного микроскопа, показаны различные виды разрушений в поверхностном слое стекла на разных стадиях процесса полировки. На рис. 2,*а* (см. оборот вклейки к стр. 736) видны образовавшиеся на наиболее выступающих частях поверхности полированные участки. Края этих участков резко очерчены и не имеют каких-либо следов отложения материала. В глубине оставшейся выколки (рис. 2,*б*) можно различить несколько трещин различной формы. На рис. 2,*в* края выколки имеют резкие очертания и на них, а также в глубине выколки не видно отложения материала. Наблюдающаяся в некоторых случаях зернистость строения дна выколки показывает, что в тех случаях, когда ее глубина становится соизмеримой с размерами зерен крокуса (0,3÷0,5 μ), на дне ее, по-видимому, возможно задерживание частиц полирующего порошка вместе с продуктами сполировывания стекла. Однако эти частицы не связаны прочно с поверхностью стекла и по мере продолжения полировки и выравнивания поверхности снимаются полировальником.

Следует отметить, что около оставшихся выколок на полированной поверхности стекла почти всегда имеются тонкие царапины, шириной от 0,05 до 0,2 μ, представляющие собой, по-видимому, следы воздействия кусочков стекла, отломившихся в процессе полировки от краев выколок, или единичных, более крупных зерен полирующего порошка (рис. 2,*б* и *в*).

На рис. 2, *г* показаны трещины, оставшиеся от шлифовки в стекле после удаления рельефного слоя. Они имеют различную форму, ширина их

* В работе принимали участие Т. А. Макарова и С. А. Демичев.

оставляет 0,3—0,4 μ. В световом микроскопе такие трещины не видны, для их обнаружения поверхность стекла подвергается травлению слабым раствором плавиковой кислоты.

Электронномикроскопическое изучение шлифованной поверхности текла на различных стадиях ее полировки позволяет сделать ряд заключений. Прежде всего по изменению вида шлифованной поверхности, а также формы и величины отдельных выколок можно определенностью сказать, что процессе полировки под воздействием зерен полирующего орошка верхний, разрушенный шлифовкой слой стекла постепенно снимается и поверхность выравнивается [1].

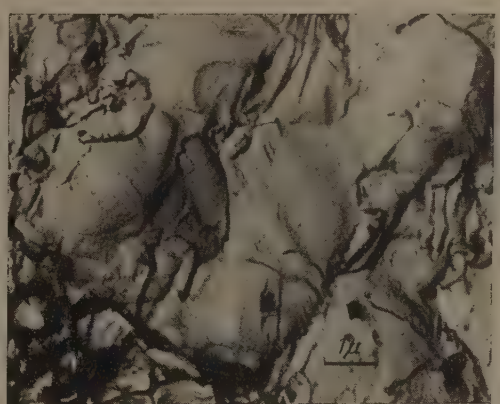


Рис. 1. Шлифованная поверхность стекла, обработанная песком М20; 8000×

Как можно видеть на электронномикроскопических снимках шлифованной поверхности текла, подвергнутой полировке, рая выколок, как правило, меют резкие очертания; на их, а также в глубине выкок не наблюдается каких-либо тложений материала. По виду ставшихся в поверхностном слое стекла трещин, имеющих ширину в есколько десятых долей микрона, можно сказать, что они остаются открыми и не заполняются продуктами сполировывания стекла.

На электронных микрофотографиях поверхности хорошо отполированной стеклянной оптической детали нам не удалось обнаружить микронеровностей (присущих, вообще говоря, полированной поверхности), являющихся следами воздействия зерен полирующего порошка. Это совпадает данными электронномикроскопического изучения хорошо полированной поверхности стекла [2, 3], не позволяющими установить наличия на ней пределенной структуры.

По данным работ [4, 5], в которых был применен метод многолучевой интерференции, величина микронеровностей на полированной поверхности стекла не превышает нескольких десятков ангстрем, т. е. находится на пределе разрешающей способности используемых в настоящее время лектронных микроскопов.

Итак, проведенные нами исследования показывают, что применение лектронного микроскопа для изучения поверхностного слоя стекла и ругих хрупких материалов, при условии использования достаточно совершенной методики изготовления реплик, позволяет получить ценные ведения о строении разрушенного шлифовкой слоя и выявить наиболее характерные виды разрушений, на основании чего можно судить о механизме хрупкого разрушения поверхностного слоя материалов и о процессе их шлифовки. Однако для изучения тончайшей структуры полированной поверхности, имеющей неровности величиной в несколько десятков ангстрем, необходимо иметь электронный микроскоп с более высокой разрешающей способностью, т. е. порядка 15—20 Å.

Наряду с изучением тонкошлифованной и полированной поверхности текла нами были исследованы некоторые полирующие порошки: двуокись ерия CeO_2 и крокус αFe_2O_3. Препараты двуокиси церия были приготовлены обычным методом осаждения частиц из капли суспензии, помещенной на коллодиевую пленку. На рис. 3 приведен снимок порошка двуокиси церия, где отчетливо видна форма частиц — довольно правильные шестигранники — и легко могут быть определены их размеры.

При препарировании окиси железа нам встретились значительные трудности вследствие склонности ее частиц в водной суспензии образовывать конгломераты, что не дает возможности определить их форму и размеры. Мы приготавливали препараты крокуса, включая их в состав пленки-подложки. Крокус замешивался в растворе кедрового масла в изоамилацетате, после чего к полученной пасте прибавлялся 1% раствор колоксилина в изоамилацетате. Полученная суспензия стабилизировалась прибавлением небольших количеств раствора хлорного железа. Наи-

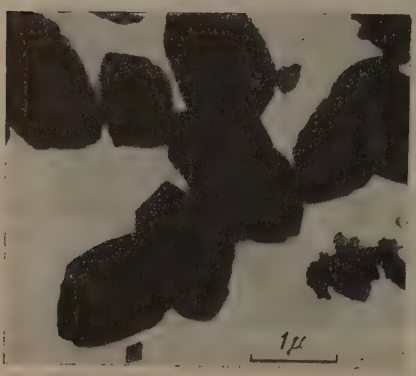


Рис. 3. Двуокись церия, обожженная при 900°; 13000 ×

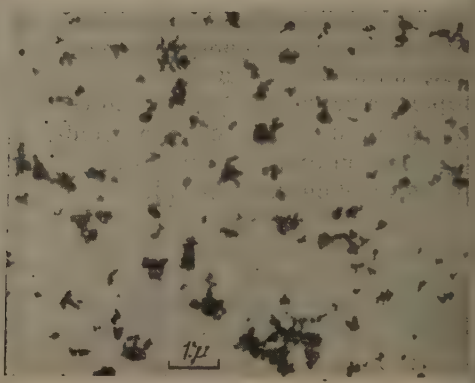


Рис. 4. Крокус, обожженный при 600°; 8000 ×

более устойчивой оказалась суспензия, содержащая 0,03÷0,05% $FeCl_3$. В этой суспензии частицы крокуса находились во взвешенном состоянии в течение нескольких суток. Все же простым нанесением капли стабилизированной суспензии на пленку хороших препаратов крокуса получить не удалось. При высыхании капли концентрация хлорного железа изменялась, и частицы крокуса коагулировали. Кроме того, контрастность микрофотографий ухудшалась из-за сплошного серого фона, обусловленного выпадением из раствора кристаллов $FeCl_3$.

В конце концов был принят следующий метод: капля 1% раствора коллоксилина в изоамилацетате наносилась на поверхность стабилизированной $FeCl_3$ суспензии, содержащей по весу около 15% крокуса. В этом случае частицы крокуса внедрялись в пленку до ее высыхания и после испарения растворителя оказывались включенными в ее состав. Таким путем были получены достаточно хорошо диспергированные препараты крокуса.

Электронная микрофотография обожженного при 600° крокуса при включении его в пленку, образованную на поверхности стабилизированной суспензии, приведена на рис. 4. Можно видеть, что частицы крокуса, имеющие размеры около 0,1÷0,2 μ, не образуют больших конгломератов и расположены в пленке в один слой.

Описанный метод препарирования порошков, склонных к образованию конгломератов, является, как нам кажется, достаточно общим и может быть применен к различным объектам исследования при условии подбора соответствующих стабилизаторов суспензии.

Институт химии силикатов
Академии наук СССР

Цитированная литература

1. Бокин П. Я., Стекло и керамика, **12**, 1, 5 (1955).
2. Brüche E., Poppa H., Glastechn. Ber., **28**, *6*, 232 (1955); **29**, 5, 183 (1956); **30**, *5*, 163 (1957); Silikattechnik, **6**, *9*, 378 (1955).
3. Ray K., J. Opt. Soc. Amer., **39**, 92 (1949).
4. Tolansky S., Wilcox W. L., Proc. Roy. Soc. A (London), **191**, 182 (1942).
5. Koehler W. F., J. Opt. Soc. Amer., **43**, *9*, 743 (1955).

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР

Т. XXIII, № 6 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1959

А. И. КРОХИНА и Г. В. СПИВАК

ИЗУЧЕНИЕ СТРУКТУРНЫХ ИЗМЕНЕНИЙ ДИЭЛЕКТРИКОВ, ПОДВЕРГНУТЫХ ВОЗДЕЙСТВИЮ ТЕМПЕРАТУРЫ, ХИМИЧЕСКОГО ТРАВЛЕНИЯ И ИОННОЙ БОМБАРДИРОВКИ

В предшествующих работах [1, 2] нами было показано, что методом ионной бомбардировки на диэлектриках удается получить фигуры травления, отображающие симметрию плоскости среза данного кристалла. Исследованию были подвергнуты единичные грани кристаллов различных структур. У кальцита ионной бомбардировке подвергалась грань ромбоэдра, у каменной соли — куба, у сегнетовой соли разрушался образец *X*-среза. Для выяснения возможностей выявления структур ионной бомбардировкой интересно было бы получить этим методом фигуры травления различно ориентированных плоскостей среза одного и того же кристалла, подобно тому, как это было сделано ранее [3] при помощи химического травления. С этой целью нами были приготовлены образцы с различной ориентацией из каменной соли, кальцита, сегнетовой соли, кварца и других диэлектриков.

Методика ионного травления частично была использована прежняя, а частично разработана новая. После ионной бомбардировки симметрия вполне сформировавшихся фигур травления отвечала симметрии кристаллической плоскости, на которой она образовалась. При травлении грани {100} NaCl на последней появились правильные кубы, у грани {110} сформировались призмы с гранями куба, а у грани {111} получились фигуры в форме пирамид. Таким образом, ионной бомбардировкой были получены фигуры травления каменной соли, характерные для срезов {100}, {110} и {111}.

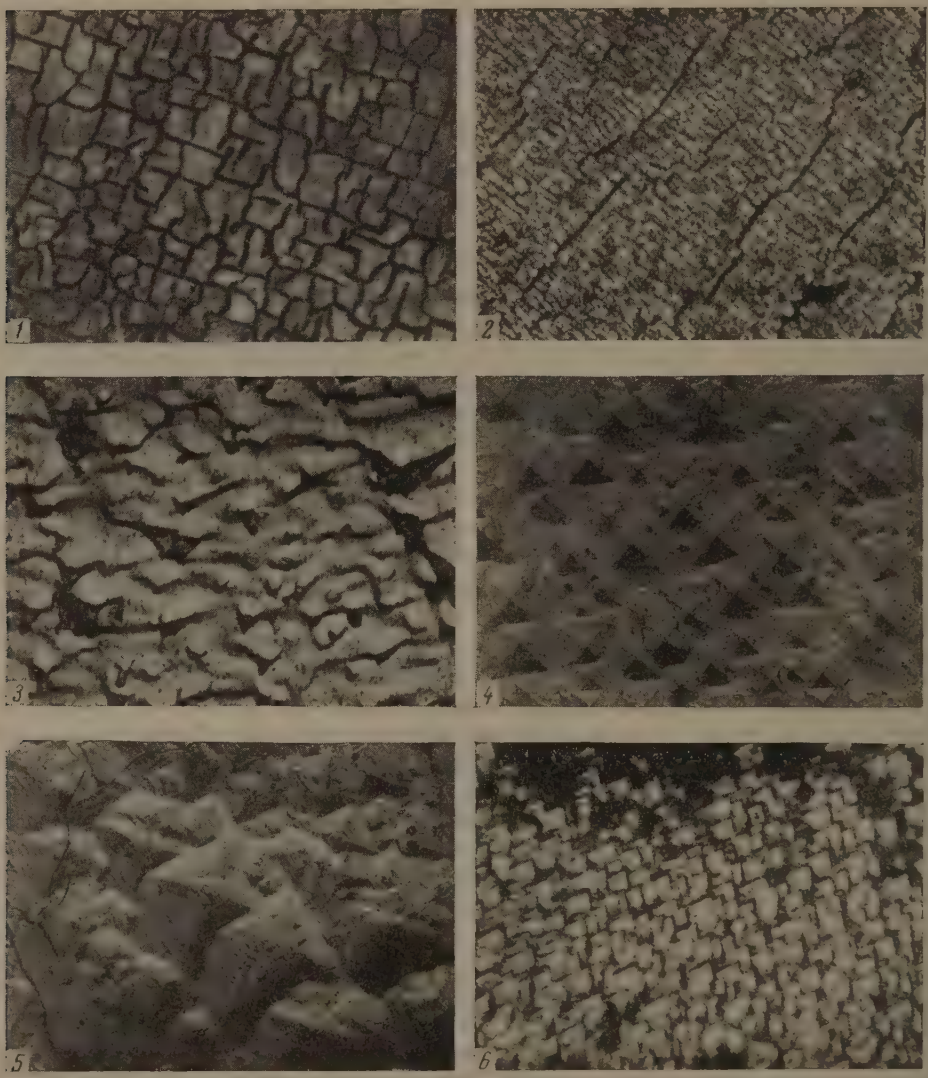
Для ионного травления кальцита использовались срез, перпендикулярный оптической оси, и срез по плоскости ромбоэдра. Полученные фигуры травления были различными. Для ионного травления сегнетовой соли использовали образцы срезов *X*, *Y* и *Z*. На рисунке (*1* и *2*) видно, что разные плоскости среза сегнетовой соли имеют отличные друг от друга фигуры ионного травления.

Прежняя методика травления диэлектриков [1, 2] обладала некоторыми недостатками. Ранее для подачи потенциала на диэлектрик использовалась контактирующая с ним металлическая сетка с ячейками ~1 мм и толщиной 1—2 мм. Известно, что величина ионного тока зависит от давления газа в трубке. Следует ожидать, что фокусирующее действие «микролинз», образовавшихся внутри ячеек сетки, зависит от величины разрядного тока и давления в трубке.

Созданная благодаря микролинзам повышенная плотность электронного и ионного тока модулируется параметрами разряда и не является постоянной. При изменении режима разряда катод подвергался нагреву до различных температур. В наших экспериментах он нагревался от 200 до 400°. Изменение температуры вело к изменению распределения потенциала по поверхности диэлектрика, что, естественно, модулировало распределение плотности ионного тока по диэлектрику, а следовательно, влияло и на выявление фигур травления. Следует заметить, что в случае ионного травления образцов, обладающих низкой температурой плавле-

ния (для сегнетовой соли $T_{пл}$= 80°), мы использовали трубки с интенсивным водяным охлаждением распыляемого образца.

Методика, использующая металлическую сетку для подачи поля на диэлектрик (с целью изучения роста фигур травления во времени), опре-



1 — Фигуры травления *X*-среза сегнетовой соли при $V = 1$ **kV**, $I = 1$ mA и $t = 15$ мин. 200 ×; *2* — Фигуры травления *Y*-среза сегнетовой соли при $V = 1$ kV, $I = 1$ mA, t =20 мин., 500 ×; *3* — Фигуры травления грани {111} NaCl при T = 400°, $V = 3$ kV, $I = 3$ mA и t = 1 час 30 мин., 2000 ×; *4* — Фигуры травления грани {100} KCl, полученные испарением в вакууме при $T = 600°$, $p = 1 \cdot 10^{-4}$ *мм* рт. ст. и $t = 1$ час 30 мин, 160 ×; *5* — Фигуры травления грани {100} KBr при $V = 2$ kV, $I = 4$ mA и $t = 30$ мин., 240 ×; *6* — Фигуры травления грани {111} NaCl при $V = 1$ kV, $I = 0{,}3$ mA и $t = 4$ часа, 700 ×

деления зависимости эффекта травления от силы ионного тока и ускоряющего напряжения, давала сведения лишь качественного характера.

Целесообразным явился переход к новой методике создания проводимости образца. Для этого был использован нагрев диэлектрика до определенной температуры, переводящей его в состояние полупроводника. Можно было в каждом случае установить такую температуру образца, при

которой разряд свободно зажигается на его поверхности. Так, например, для каменной соли, исходя из расчетов [4], поверхностная и объемная проводимость обеспечивается в интервале температур от 400° и выше. Используя установку УИТ-1 [5], нам удалось зажечь разряд на поверхности каменной соли при $T = 400°$. При ускоряющем напряжении 3 kV и токе 3 mA разряд горел достаточно стабильно в течение 1,5 часа, после чего поверхность образца, исследованная при помощи электронного микроскопа, оказалась покрытой фигурами травления, характерными для среза {111} (рис., *3*). При подогреве образца NaCl среза {100} в режиме газового разряда $V = 2{,}5$ kV, $I = 5$mA и $t = 30$ мин были получены фигуры травления, характерные для этого среза.

При разработке методики ионного травления на подогретых диэлектриках необходимо было выяснить влияние испарения диэлектрика в вакууме в отсутствие ионной бомбардировки. Необходимо было установить критическую температуру, при которой происходит интенсивное испарение кристаллов, и исследовать рельеф поверхности после такого испарения. Важно также решить однозначно, чему следует приписать изменение рельефа поверхности: ионной бомбардировке или непосредственному испарению образца. Оказалось, что если нагреть образец до 400° и выдержать его в вакууме ($p = 5 \cdot 10^{-5}$ мм рт. ст.) 2—3 часа, то травления поверхности не происходит. При нагреве образцов в интервале температур 650÷750° происходит испарение каменной соли, носящее уже травящий характер. Так, например, при нагревании образцов NaCl, KCl (рис., *4*) и KBr мы получали фигуры травления регулярной структуры. На специальных экранах нами наблюдались весьма значительные осадки, распределение которых по толщине подчиняется косинусоидальному закону.

Ионное травление и травление испарением в вакууме всех вышеуказанных образцов сопоставлялось с химическим травлением. Фигуры травления во всех случаях получались идентичными. В данной работе установлено, что с помощью ионной бомбардировки получаются фигуры травления различных плоскостей кристалла, отображающие симметрию кристаллографического среза (рис., *5,6*). Следовательно, при ионной бомбардировке диэлектриков разрушение ионами газового разряда кристалла модулируется структурой последнего.

Физический факультет
Московского гос. университета
им. М. В. Ломоносова

Цитированная литература

1. Спивак Г. В., Крохина А. И., Лазарева Л. В., Докл. АН СССР, **104**, 579 (1955).
2. Спивак Г. В., Крохина А. И., Яворская Т. Ц., Дурасова Ю. А., Докл. АН СССР, **114**, 1001 (1957).
3. Кузнецов В. Д., Кристаллы и кристаллизация, стр. 127.—ГТТИ, Москва, 1953.
4. Сканави Г. И., Физика диэлектриков, т. 2, стр. 464.— ГТТИ, Москва, 1958.
5. Спивак Г. В., Юрасова В. Е., Кушнир Ф. Ф., Прилежаева И. Н., ПТЭ, *2*, 106 (1957).

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР

Т. XXIII, № 6 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1959

В. Е. ЮРАСОВА, Г. В. СПИВАК и Ф. Ф. КУШНИР

МЕТОДИКА ВЫЯВЛЕНИЯ СТРУКТУРЫ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ ИОННОЙ БОМБАРДИРОВКОЙ

Ионное травление границ зерен и структурных составляющих сплавов в широком интервале температур

Катодное распыление является, как известно, удобным способом выявления структуры вещества, обладающим рядом преимуществ по сравнению с методами химического травления и термического испарения в вакууме [1]. Одним из основных достоинств ионной бомбардировки является возможность исследования структуры металлов и сплавов в достаточно широком интервале температур. Наибольший интерес представляет ионное травление вещества при температурах от комнатной до 0,6 от температуры плавления, когда ни метод химического травления, ни метод термического испарения в вакууме практически не пригодны.

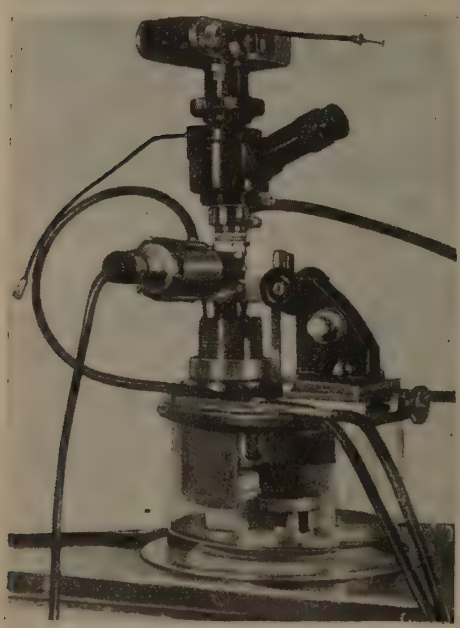


Рис. 1. Общий вид приставки к установке УИТ-1

При ионном травлении в указанном интервале температур желательно иметь возможность наблюдать за изменением рельефа поверхности образца в процессе распыления в неизменных вакуумных и температурных условиях: тогда можно следить за динамикой превращения в сплавах. Кроме того, фотографирование поверхности распыляемого образца может дать новые сведения относительно его структуры при той температуре, при которой происходит ионное травление.

Для визуального наблюдения и фотографирования поверхности распыляемого образца при различных температурах была создана специальная приставка к сконструированной нами ранее установке ионного травления металлов УИТ-1 [2]. Общий вид приставки показан на рис. 1. Основное отличие этой приставки от описанной ранее конструкции [3] состоит в том, что смотровое кварцевое окно сделано подвижным. Расстояние от поверхности образца до кварцевого окна может меняться от 10 до 60 мм. Во время ионного травления или нанесения реплик на распыляемую поверхность образца смотровое окно поднимается при помощи специального подъемного механизма, работающего без нарушения вакуума. При этом окно автоматически закрывается заслонкой, служащей одновременно анодом в процессе распыления образца (катода). Выявление структуры вещества ионной бомбардировкой может производиться при температурах

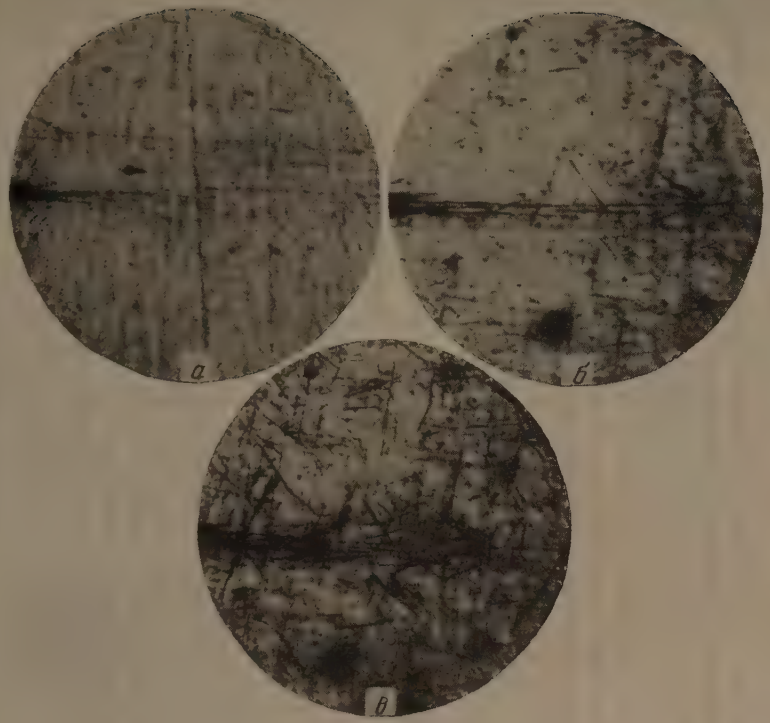


Рис. 2. Мартенситное превращение в алюминиевой бронзе; 350 ×. *а* — поверхность образца при 750°; *б* — рельеф образца, возникающий при быстром охлаждении до 320°; *в* — мартенситная структура, выявленная ионным распылением при 320°

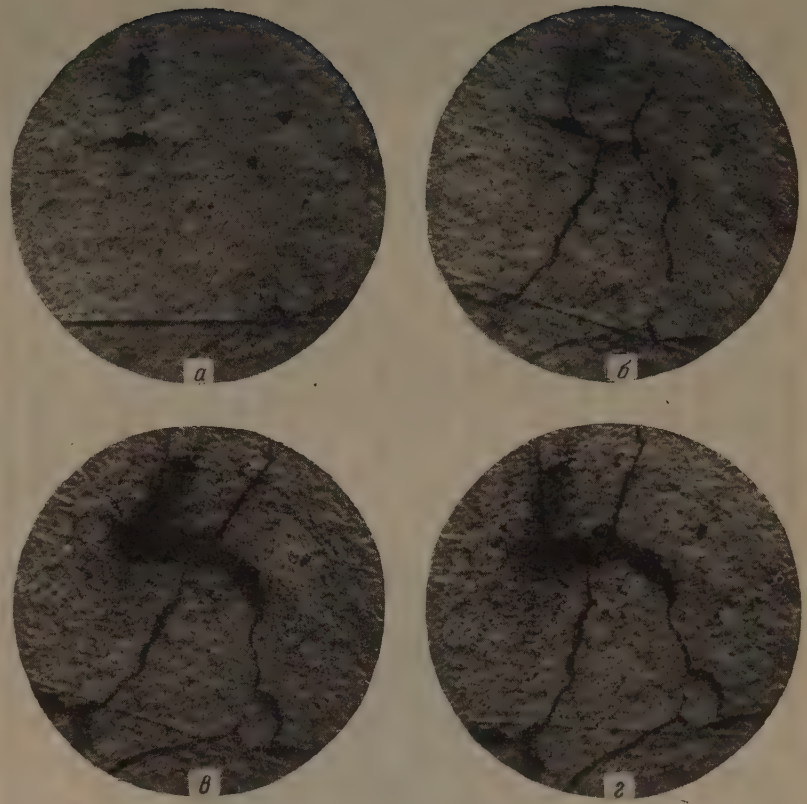


Рис. 3. Зернистая структура и фазовые составляющие алюминиевой бронзы, выявленные катодным распылением при температуре 550°; 350×. Вид поверхности: *а* — при 750°; *б*— после охлаждения до 550°; рельеф, образовавшийся при ионном травлении образца; *в* — при 550°; *г* — при 310°

от комнатной до 1100°. Нагревание образца, регулировка и измерение его температуры осуществляется при помощи специального устройства, описанного ранее [2].

Возможность применения ионной бомбардировки для выявления структуры металлов в широком интервале температур показана нами на примере хорошо известного мартенситного превращения в алюминиевой бронзе*. Образец алюминиевой бронзы закреплялся на вводе (см. рис. 1) и нагревался при температуре 750° в течение 1 часа. На рис. 2,*а* приведен вид поверхности образца, нагретого до 750°. Фотографирование производилось при помощи приставки, показанной на рис. 1. Затем образец быстро охлаждался до 320°. Происходящее при этом мартенситное превращение изменяло рельеф поверхности (рис. 2,*б*). Однако мартенситные иглы выявлялись достаточно четко лишь при ионном травлении образца при температуре 320° (рис. 2,*в*).

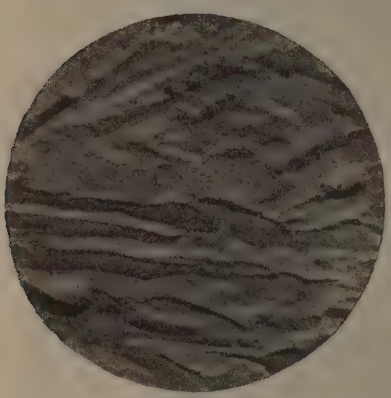


Рис. 4. Электронномикроскопическая фотография поверхности образца из алюминиевой бронзы, протравленной ионами неона; 5000×

Если охлаждение образца от 750 до 320° производить постепенно, то мартенситной структуры, естественно, не образуется. На рис. 3 изображен этот случай; на фотографии *а* представлен вид поверхности при 750°, на фотографиях *б* и *в* — рельеф, образовавшийся после ионного травления образца при температурах 550 и 310°, соответственно. На последних фотографиях хорошо видны границы зерен и структурные составляющие, выявленные катодным распылением.

Максимальное полезное увеличение при визуальном наблюдении или непосредственном фотографировании, которое может быть достигнуто в устройстве рис. 1 с длиннофокусным объективом системы Андина, равно 400×. Для электронномикроскопического исследования поверхности образцов при бóльших увеличениях в устройстве предусмотрена возможность нанесения угольных кварцевых или металлических пленок на объекты непосредственно после их распыления. В качестве примера на рис. 4 показана электронная микрофотография угольного отпечатка с распыленной поверхности алюминиевой бронзы. Отпечатки наносились сразу после ионного травления без выноса образца на воздух.

Разрушение поверхности зерна поликристалла или грани монокристалла ионной бомбардировкой

При катодном распылении происходит выявление не только границ зерен или структурных составляющих сплавов, но и различных нарушений, выходящих на поверхность зерна поликристалла или грани монокристалла. Нередко при катодном распылении образуются правильные ограненные фигуры, чаще всего представляющие собой углубления [1,4]. Исследование причин образования симметричных углублений может дополнить наши сведения о механизме катодного распыления и обнаружить новые возможности использования ионной бомбардировки.

Естественно предположить, что ориентированные ямки образуются на поверхности благодаря преимущественному распылению вещества вдоль плотно упакованных кристаллографических направлений. Изби-

* Мы благодарны М. В. Дехтярю, обратившему наше внимание на целесообразность использования алюминиевой бронзы для этих исследований.

рательный выход частиц в направлениях плотной упаковки был установлен Венером [5] для случая распыления монокристаллов ионами малых энергий (200 eV) и в работе одного из авторов [6] при травлении монокристаллов ионами бо́льших энергий (1÷5 kcV). Опыты по распылению граней (100) монокристаллов α-хрома и вольфрама, а также граней (100), (110) и (111) монокристалла меди в плазме высокой плотности и низкого давления (методика распыления описана в работах [6 и 7]) качественно подтвердили это предположение.

Было показано также, что симметрия ориентированных углублений, возникающих на гранях монокристаллов, совпадает с симметрией фигур, образующихся при осаждении распыляемых с этих граней частиц на слюдяной экран, расположенный параллельно распыляемой поверхности (рис. 5, см. оборот вклейки к стр. 736).

Особенно интересен тот факт, что появление новых дополнительных направлений преимущественного выхода распыленных с грани монокристалла частиц, наблюдающееся при увеличении энергии ионов [6], приводит к изменению вида ориентированных фигур на поверхности грани. Действительно, при распылении, например, грани (111) монокристалла меди медленными ионами преимущественный выход частиц происходит в трех плотно упакованных направлениях [110], и рельеф поверхности грани состоит из трехгранных фигур. При увеличении энергии ионов до 300—400eV преимущественное распыление вещества идет не только в трех направлениях [110], но еще и в трех направлениях [100], выходящих из грани (111) (см. рис. 5). В соответствии с этим на плоскости (111) появляются характерные шестигранные углубления, одно из которых изображено на рис. 5,*в*.

Если симметричные фигуры образуются на поверхности вследствие интенсивного распыления вещества вдоль определенных кристаллографических направлений, то они должны быть ограпены плоскостями, перпендикулярными к этим направлениям. Индексы плоскостей, формирующих ориентированные пирамидальные углубления, наиболее просто можно найти, зная направление стороны основания пирамиды на грани монокристалла и угол наклона плоскостей, ограничивающих фигуру, к той грани, на которой она расположена. Направление стороны основания находится по углу отклонения ее от риски с известным направлением, заранее нанесенной на распыляемую поверхность. Угол наклона граней пирамиды к основанию определяется отношением высоты пирамиды h к стороне основания a. При глубине фигур травления $\sim 5 \div 6$ μ измерение h можно приближенно провести с помощью металл-микроскопа. Для этого необходимо выбрать объектив с наибольшим увеличением и наименьшей глубиной резкости и, фокусируя последовательно то основание, то вершину пирамиды, отмечать изменение в положении объектива, которое и дает величину h.

Таким способом были произведены измерения глубины четырехгранных пирамидальных углублений, образовавшихся при катодном распылении на гранях куба монокристаллов меди (гранецентрированная кубическая решетка) и вольфрама (объемноцентрированная кубическая решетка). Величина h/a, измеренная для нескольких пирамид на грани куба монокристалла меди, получилась равной 0,5 (с точностью до 12—15%). При этом сторона четырехгранного углубления была параллельна направлению [100], лежащему в плоскости распыляемой грани. Следовательно, углубления в этом случае образованы плоскостями (110), перпендикулярными к наиболее плотно упакованным направлениям [110]. Аналогично обстоит дело и с фигурами на грани куба монокристалла хрома и вольфрама (для которых средняя величина h/a получилась равной $0{,}7 \pm 0{,}09$, сторона основания пирамиды параллельной [110]), которые, следовательно, ограничены плоскостями (111), перпендикулярными к направлениям [111] с наибольшей плотностью упаковки атомов.

Более точное определение глубины ориентированных фигур производилось с помощью стереосъемки в электронном микроскопе. Для этого на грань куба монокристалла меди, подвергавшуюся ионной бомбардировке, наносилась угольная пленка, которая затем механически отделялась от образца. Толщина пленки составляла 200—300 Å. С участка угольной реплики, на котором находился отпечаток пирамидального ограненного углубления, фотографировалась стереопара в электронном микроскопе (рис. 6). Затем с помощью прецизионного стереометра СМ-3 измерялась разность параллаксов Δp между вершиной пирамиды и ее основанием и

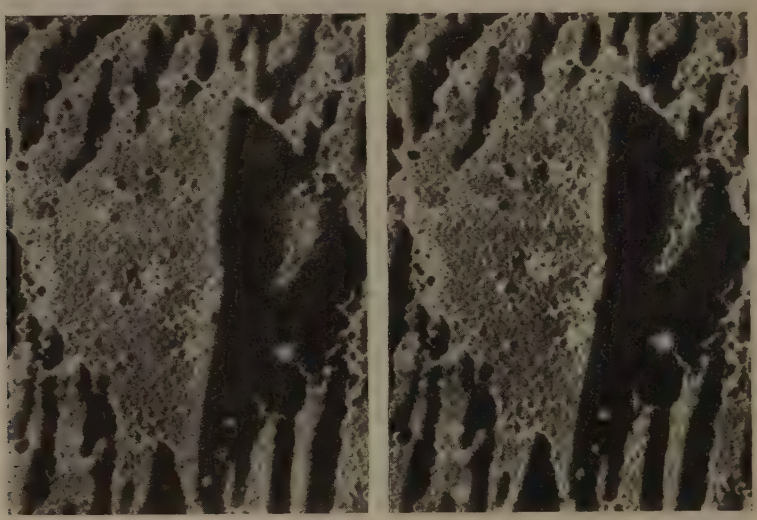


Рис. 6. Электронномикроскопическая стереопара с пирамидального углубления, образовавшегося на грани (100) монокристалла меди; 9400 ×

далее вычислялась глубина пирамиды по известной формуле

$$h = \frac{\Delta p}{2M \cdot \sin \frac{\gamma}{2}},$$

где M — увеличение при стереосъемке, а γ — угол конвергенции (угол поворота объекта в электронном микроскопе) *.

Отношение измеренной таким способом глубины пирамид, образовавшихся на грани (100) монокристалла меди, к длине стороны их основания получилось, с точностью до 6 %, равным 0,5. Поскольку сторона основания пирамидального углубления была при этом параллельна направлению [100], лежащему в плоскости грани, то, следовательно, углубление было образовано плоскостями (110), перпендикулярными плотно упакованному направлению [110] (или близкими к ним плоскостями с высокими индексами).

Таким образом, показано, что ориентированные углубления, появляющиеся при катодном распылении на гранях куба монокристаллов меди, вольфрама и хрома, часто ограничены плоскостями, перпендикулярными плотно упакованным направлениям. Приведенные экспериментальные данные позволяют предположить, что ориентированные углубления могут воз-

* Предварительно было произведено определение угла конвергенции с точностью до 1′ путем обработки электронномикроскопических стереопар, сфотографированных с угольных отпечатков алмазной пирамиды известной высоты. Величина γ оказалась равной 6°25′.

никать при ионном травлении металлической поверхности, вследствие преимущественного распыления вещества в плотно упакованных кристаллографических направлениях, выходящих из этой поверхности.

Физический факультет
Московского гос. университета
им. М. В. Ломоносова

Цитированная литература

1. Спивак Г. В., Юрасова В. Е., Прилежаева И. Н., Правдина Е. К., Изв. АН СССР. Сер. физ., **20**, 1184 (1956).
2. Спивак, Г. В., Юрасова В. Е., Кушнир Ф. Ф., Прилежаева И. Н., ПТЭ, № 2, 106 (1957).
3. Лозинский М. Г., Высокотемпературная металлография.— ГН ТИМЛ, Москва, 1956.
4. Юрасова В. Е., Кристаллография, **2**, 770 (1957).
5. Wehner G. K., J. Appl. Phys., **26**, 1056 (1955).
6. Юрасова В. Е., Ж. техн. физ., **28**, 1982 (1958).
7. Wehner G. K., Phys. Rev., **102**, 690 (1956).

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР

Т. XXIII, № 6 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1959

А. М. СОЛОВЬЕВ и В. Н. ВЕРЦНЕР

ПРИМЕНЕНИЕ ЭЛЕКТРОННОГО МИКРОСКОПА ЭМ-3 ДЛЯ ПРОВЕДЕНИЯ ЛОКАЛЬНОГО РЕНТГЕНО-СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА

В применявшихся до последнего времени методах рентгено-спектрального анализа обычно используются рентгеновские трубки с широким фокусным пятном на аноде. Это диктовалось рядом факторов: геометрическими особенностями используемых схем спектрографов, требованием снизить нагрев антикатода и др. Такой анализ дает возможность установить лишь среднее значение процентного содержания того или иного элемента в сравнительно большом объеме исследуемого образца или пробы.

Однако в настоящее время становится все более и более актуальной необходимость получения сведений о химическом составе небольших участков образца или даже отдельных зерен и межзеренных прослоек поликристаллического образования. Существующие методы локального анализа, например оптический локальный анализ, позволяют проводить определение состава в областях не менее 50 μ в диаметре. Бóльшая локальность химического анализа стала осуществимой с развитием электронной оптики, давшей возможность получать сфокусированные узкие электронные пучки, которые при попадании на объект могут возбуждать рентгеновское излучение в областях объекта всего в несколько кубических микрон. Анализируя спектр рентгеновских лучей, можно определить химический состав в этих микрообластях.

В 1951 г. во Франции Кастен [1—3] сделал прибор для локального рентгено-спектрального анализа и провел первые исследования химического состава металлографических шлифов с локальностью анализа в 2—3 μ. Позднее Боровский и Ильин [4—7] на базе электронографа ЭМ-4 осуществили аналогичную схему.

В Государственном оптическом институте также создана установка для рентгено-спектрального микроанализа [8], использующая основные оптические узлы, электрическую схему питания и вакуумную систему электронного микроскопа ЭМ-3. Установка состоит из четырех основных частей: электронооптической системы, рентгеновского спектрографа, оптической системы для рассматривания изучаемых объектов и регистрирующей схемы.

Электронооптическая система (рис. 1), являющаяся основным узлом данной установки, состоит из электронной пушки и двух электромагнитных линз. В качестве электронной пушки использована пушка электронного микроскопа с подачей отрицательного смещения на катодный цилиндр и с новой формой электродов, которая сейчас применена в микроскопе ЭМ-5. Такая система электродов обеспечивает минимальное сечение пучка, формируемого пушкой, в 20—30 μ в диаметре. Первая линза, в качестве которой использована конденсорная линза микроскопа ЭМ-3, работает в режиме 4÷5-кратного уменьшения. Изображение источника электронов, уменьшенного этой линзой до размеров в 5÷6 μ, переносится второй линзой с таким же примерно уменьшением на исследуемый образец. Таким образом, размер электронного зонда на объекте получается не более 2 μ. В качестве второй линзы вначале использовалась объективная линза мик-

роскопа ЭМ-3, а в дальнейшем была изготовлена специальная линза с вмонтированными в нее столиком для образцов, позволяющим осуществлять необходимые передвижения образца, и оптической системой для наблюдения и выбора исследуемого участка образца.

Между первой и второй линзами находится юстировочное устройство, позволяющее перемещать и наклонять первую линзу с пушкой относительно второй. Этим удается вывести пучок электронов на ось второй линзы и добиться максимальной интенсивности рентгеновского излучения.

Опыт работы на установке показал, что даже незначительные загрязнения на пути пучка и нагар, образующийся на диафрагмах, ограничивающих пучок, приводят к появлению астигматизма пучка, в результате чего минимальный размер электронного зонда обычно становится значительно больше 2 μ. Поэтому для корректировки астигматизма нами был изготовлен стигматор с вращающимся полем, который установлен непосредственно за полюсным наконечником второй линзы.

Для рассматривания изучаемого объекта и выбора зоны исследования применен оптический микроскоп со специальным зеркальнолинзовым объективом с увеличением 43× и рабочим расстоянием 7 мм. Микрообъектив вмонтирован во второй электронной линзе и находится в вакууме (рис. 1); осветительная система микроскопа (опак-иллюминатор ОИ-8) и окуляр расположены вне вакуума. Оптическая ось светового микроскопа перпендикулярна к плоскости образца, расположенного под углом в 45° к электронному пучку.

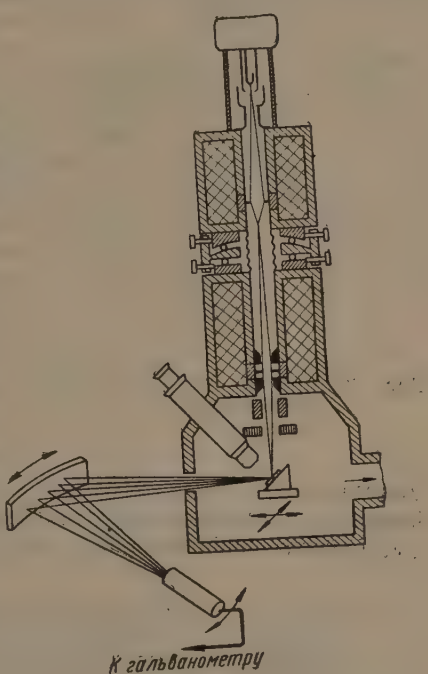


Рис. 1. Схематический вид установки

Большое рабочее расстояние микрообъектива позволяет рассматривать объект во время проведения анализа, так как ни пучок электронов, ни пучок образующегося рентгеновского излучения не срезаются его оправой. Наружная стеклянная поверхность объектива покрывается тонким слоем металла во избежание скапливания электрических зарядов на ней.

Для контроля за местом попадания пучка электронов на объект использовался флуоресцирующий монокристалл с большой разрешающей способностью (2 μ), полученный нами от В. В. Купревича. Кристалл помещается на тот же столик, что и исследуемый образец, так, что под пучок электронов можно подводить либо кристалл, либо образец. Подводя кристалл под пучок электронов, можно по светящемуся пятну кристалла в световой микроскоп определить место попадания пучка. Совместив перекрестие окуляр-микрометра с этим пятном, фиксируется место встречи пучка с кристаллом. Далее с перекрестием совмещается подлежащий исследованию участок образца. Для обеспечения попадания в поле зрения микроскопа точки пересечения пучка электронов с объектом применена электромагнитная отклоняющая система, состоящая из двух пар отклоняющих катушек, размещенная под стигматором. Отклоняющая система позволяет перемещать пучок электронов по объекту на площади радиусом 1 мм.

Разложение в спектр возбуждаемого в объекте рентгеновского излучения осуществляется при помощи спектрографа (рис. 2) с изогнутым

по радиусу 500 мм кристаллом кварца. Рентгеновые лучи, возбужденные в точке А образца, находящейся, как и изогнутый кристалл, на окружности фокусировки радиуса $R/2$ (R — радиус изгиба кристалла), отразившись под углом Брэгга от соответствующих атомных плоскостей, попадают в счетчик Гейгера—Мюллера. Кристалл кварца помещен в кристаллодержателе, укрепленном на вращающейся штанге, соединенной с лимбом для отсчета углов ее поворота. Центр вращения штанги совпадает с центром окружности фокусировки. При повороте штанги изменяется положение кристалла на этой окружности. Последнее необходимо для анализа на различные элементы. В установке И. Б. Боровского и Н. П. Ильина для этой цели при неподвижном кристалле перемещается образец, вместе со всей электроннооптической системой, весящей многие десятки килограммов, что чрезвычайно неудобно в работе.

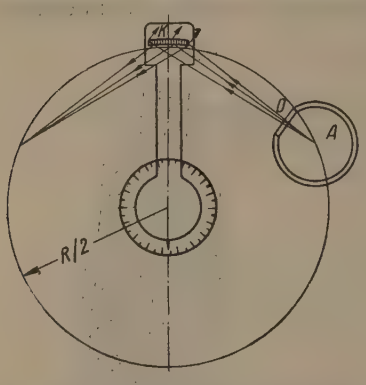


Рис. 2. Схема рентгеновского спектрографа

Конструкция спектрографа позволяет работать как методом «на прохождение», так и «на отражение». В первом случае в качестве отражающих плоскостей кварца используются атомные плоскости ($13\bar{4}0$), во втором — плоскости (0001). Метод «на прохождение» используется при анализе на тяжелые элементы, начиная с никеля ($Z = 28$), метод «на отражение» — при анализе в

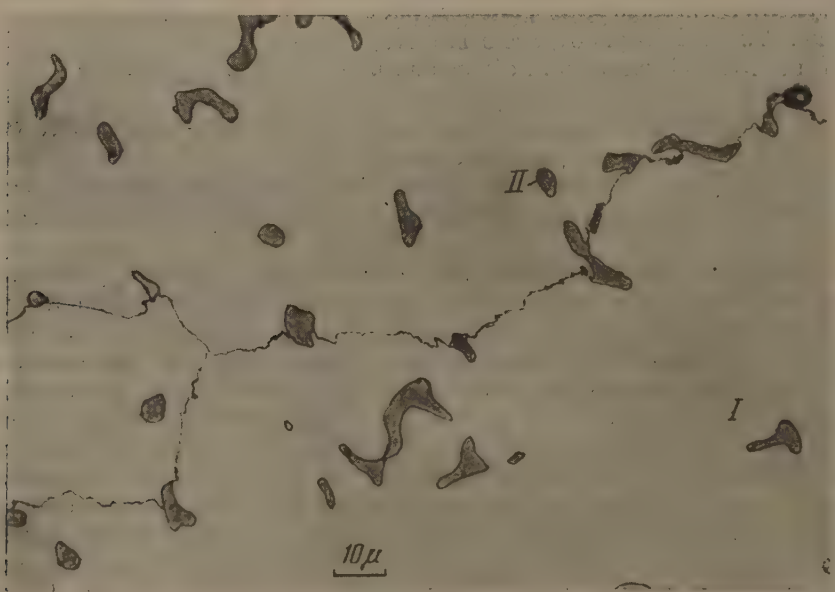


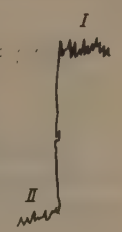
Рис. 3. Микрофотография шлифа сплава на кобальтовой основе

более длинноволновой области рентгеновского спектра на элементы Ti ($Z = 22$), V, Cr, Mn, Fe, Co ($Z = 27$). Для анализа на легкие элементы (Al, Si, S, P) спроектирована и изготовляется специальная вакуумная приставка к спектрографу.

Возбуждаемое в образце рентгеновское излучение выходит из камеры образцов наружу через специальное окошко, мало поглощающее рентгеновые лучи. Регистрация спектра проводится счетчиком Гейгера—Мюллер

с применением последующего усиления возникающих в нем импульсов тока. Счет числа импульсов проводится при помощи пересчетного прибора или интегратора импульсов, на выходе которого подключается самопишущий потенциометр. Счетчик и первый каскад усилителя импульсов укрепляются на штанге и при ее повороте перемещаются вместе с кристаллом.

Размер сфокусированного на объекте электронного пучка, а следовательно, и размер фокуса рентгеновых лучей, обусловливает локальность анализа, интенсивность же возбуждаемого излучения — чувствительность метода.



Размер источника рентгеновского излучения определялся несколькими способами: по теневым снимкам ряда объектов в рентгеновых лучах, по светящемуся пятну на флуоресцирующем монокристалле, а также непосредственными опытами по исследованию химического состава фазовых включений малых известных размеров в металлографических шлифах. По этим измерениям эффективный размер источника можно оценить в 2—3 μ. При этом интенсивность возбуждаемого рентгеновского излучения такова, что при настройке спектрографа на K_{α_1}-линию меди счетчик регистрирует $5 \cdot 10^3$ импульсов в секунду при флуктуациях фона в 20 импульсов. Это говорит о том, что чувствительность метода не хуже, чем 1%.

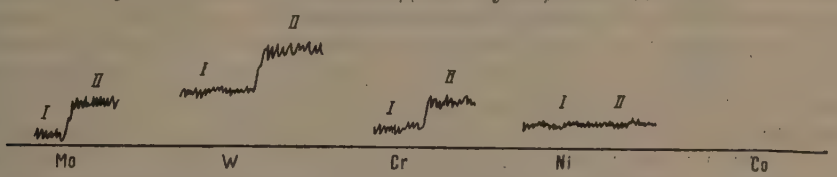


Рис. 4. Записи изменения содержания Co, Ni, Cr, W и Mo при переходе от одной фазы к другой

При помощи описанной установки были проведены исследования химического состава некоторых двухфазных металлических сплавов. Одними из таких сплавов были сплавы на кобальтовой основе, легированные хромом, вольфрамом, никелем и некоторыми другими элементами. Микрофотография такого сплава представлена на рис. 3. В структуре этих сплавов имеются мелкие включения второй фазы на фоне основной массы сплава. Размеры включений второй фазы колеблются в пределах от 2 до 30 μ. Исследования химического состава этих фаз позволили установить, что вторая, мелкодисперсная фаза обогащена вольфрамом и хромом и соответственно обеднена кобальтом. Никель содержится в одинаковом количестве в обеих фазах. В других сплавах, где вместо вольфрама имеется молибден, эта вторая фаза наряду с хромом обогащена молибденом (рис. 4). Исследования химического состава отдельных фаз проводились и на ряде других металлических сплавов.

Результаты исследований двухфазных металлических сплавов показали, что с помощью созданной установки уже сейчас можно решать важные задачи, стоящие, например, перед металловедами.

Цитированная литература

1. Castaing R., Guinier A., Anal. Chem., **25**, 5 (1953).
2. Castaing R., Rev. métallurgie, **50**, 624 (1953).
3. Castaing R., Guinier A., Spectrochim. acta, **6**, 509 (1953).
4. Боровский И. Б., Сб. Проблемы металлургии, стр. 135.— Изд. АН СССР, 1953.
5. Боровский И. Б., Ильин Н. П., Докл. АН СССР, **106**, 4 (1956).
6. Боровский И. Б., Ильин Н. П., Сб. К 70-летию Н. Т. Гудцова, стр. 25.— Изд. АН СССР, 1956.
7. Боровский И. Б., Ильин Н. П., Заводск. лаборатория, **23**, 10 (1957).
8. Верцнер В. Н., Соловьев А. М., Оптика и спектроскопия, **5**, 83 (1958).

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР

Т. XXIII, № 6 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1959

И. Г. СТОЯНОВА и Е. М. БЕЛАВЦЕВА

ИССЛЕДОВАНИЕ ТЕРМИЧЕСКОГО ДЕЙСТВИЯ ЭЛЕКТРОНОВ НА ОБЪЕКТ В ЭЛЕКТРОННОМ МИКРОСКОПЕ

Нагревание объекта в электронном микроскопе возникает в результате потери энергии, которую испытывают электроны при прохождении через объект. Температура объекта определяется частью потерь энергии электронов, превращенной в пленке в тепло, и условиями отдачи этого тепла в окружающую среду.

В настоящее время нет надежных сведений о том, какая часть энергии, потерянная электронами в тонких пленках, превращается в тепло. Между тем отсутствует и способ прямого измерения температуры тонких объектов, нагреваемых электронным пучком (например, объектов, исследуемых в электронном микроскопе и электронографе на просвет).

Стандартные методы измерения температуры — проволочная термопара, термистор и др.— непригодны для измерения изменения температуры тонких объектов, нагреваемых электронным пучком, потому что их размеры несоизмеримы с размерами объектов, исследуемых в электронном микроскопе и электронографе. Известные методы определения температуры объекта являются косвенными: оценка температуры производится а) по изменению электронномикроскопической картины некоторых веществ в результате их плавления или испарения [1] и б) по изменениям их дифракционной картины, происходящим вследствие термического действия электронного пучка [2].

Однако эти изменения имеют место лишь при определенных температурах. Поэтому косвенный метод не позволяет измерить температуру объекта при различных условиях облучения.

Настоящая работа посвящена экспериментальному изучению термического действия электронов на объект, исследуемый в электронном микроскопе и электронографе. С этой целью было разработано устройство, позволяющее производить непосредственное измерение изменения температуры объекта, нагреваемого электронами при любом режиме работы приборов. Это устройство сводится к следующему (рис. 1): на латунную диафрагму *1* диаметром 3 мм с отверстием 1 мм крепятся два полукольца из металлов, образующих термопару, например медное *2* и константановое *3*, с внешними выводами *4* и *5*. Полукольца изолируются друг от друга и от диафрагмы (например, посредством нанесения тонкого слоя клея БФ-2). Затем на полукольца наносится формваровая пленка—подложка *6*. Часть пленки с участков *7* и *8* на полукольцах удаляется. Затем на пленку в высоком вакууме напыляются тонкие слои меди *9* и константана *10*, перекрывающиеся в центре диафрагмы. Это перекрытие *11* площадью 0,0025 мм^2 и толщиной в среднем 300 ÷ 500 Å представляет собой микротермопару, соизмеримую по толщине с большинством объектов, исследуемых в электронном микроскопе и электронографе. Сопротивление напыленных слоев в среднем составляло 1000 Ω. В качестве пленки—подложки использовалась формваровая реплика с дифракционной решетки, толщина которой, как и толщина термослоя, определялась взвешиванием на микровесах. Толщина пленки—подложки составляла приблизительно 300 Å.

Проверка показала, что градуировочная характеристика напыленной термопары не отличается от градуировочной характеристики проволочной термопары, полученной из этих же металлов (рис. 2,*а*). При облучении электронами напыленной термопары во время эксперимента изменение ее характеристики не наблюдалось (рис. 2,*б*).

Медно-константановой термопарой на формваровой пленке можно измерять температуры не более 250°. Для измерения более высоких температур используется, например, платино-родиевая термопара на кварцевой пленке—подложке, приготовленная аналогичным способом.

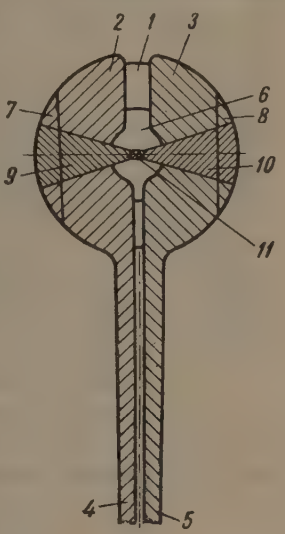


Рис. 1. Схема микротермопары

Для измерения температуры объектов, нагреваемых электронным пучком, описанное устройство помещается в электронный микроскоп, а внешние выводы подключаются к прибору, который регистрирует нагревание микротермопары, облучаемой электронным пучком. Плотность тока на объекте определяется по плотности тока в плоскости изображения. Ток измеряется гальванометром, соединенным с фарадеевым цилиндром, находящимся на уровне конечного экрана.

При помощи напыленной термопары получен ряд зависимостей температуры объекта, нагреваемого электронным пучком, от условий облучения и от толщины объекта. На рис. 3 приведены кривые зависимости прироста температуры объекта в результате нагревания его электронами от плотности тока при двух ускоряющих напряжениях 40 kV (кривая *2*) и 80 kV (кривая *1*); кривая *3* показывает, как изменилась температурная зависимость *2* при увеличении толщины объекта на 280 Å путем нанесения дополнительного угольного слоя. Кривые *4* и *5* показывают, как изменяются температурные зависимости *1* и *2* для случая облучения почти непрозрачной час-

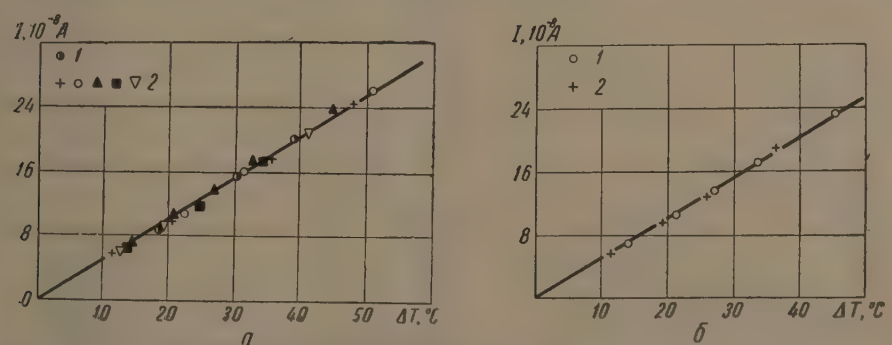


Рис. 2. *а* — Градуировочные характеристики проволочной (*1*) и напыленных (*2*) пар; *б* — градуировочные характеристики напыленной термопары до (*1*) и после (*2*) облучения электронами

тицы, нанесенной непосредственно на термопару. Как видно из рис. 3, изменение ускоряющего напряжения от 40 до 80 kV не столь сильно влияет на температуру объекта толщиной до 1500 Å, как изменение его толщины. Однако в области бо́льших толщин объекта зависимость температуры от ускоряющего напряжения меняется более заметно (кривые *1*, *2* и *4*, *5*). Эти зависимости были получены в одних и тех же условиях теплоотвода. Термопара облучалась зондом $\varnothing \sim 0{,}1$ мм.

На рис. 4 показано, как изменяется зависимость температуры объекта

от плотности тока (кривая *1*) при увеличении толщины объекта путем нанесения слоя дрожжей непосредственно на термопару (кривая *2*). Эти кривые получены при ускоряющем напряжении 70 kV и облучаемом участке радиусом 15 μ.

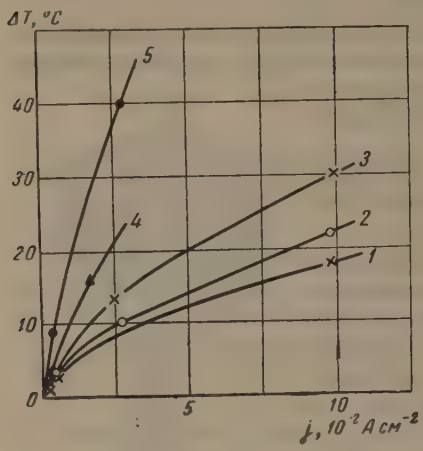


Рис. 3

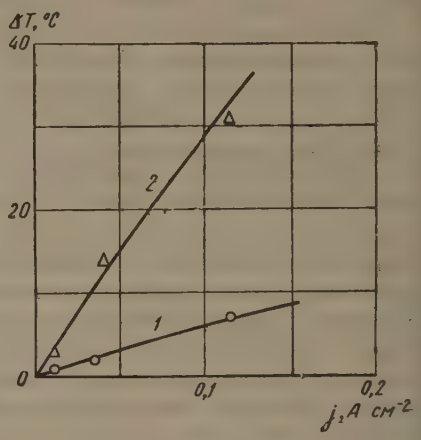


Рис. 4

Рис. 3. Зависимость изменения температуры объекта от условий облучения и толщины объекта

Рис. 4. Зависимость изменения температуры объекта от плотности тока и толщины объекта; $U = 70$ kV, $r = 15$ μ

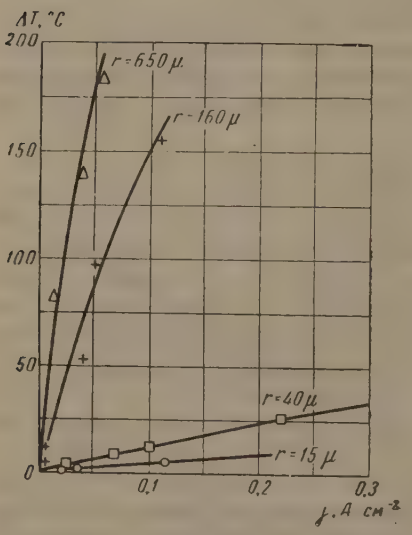


Рис. 5

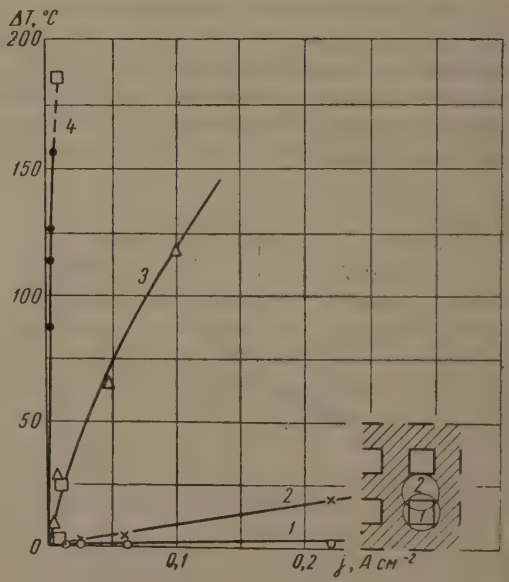


Рис. 6

Рис. 5. Зависимость изменения температуры объекта от плотности тока и площади облучаемого участка

Рис. 6. Зависимость изменения температуры объекта, нанесенного на электролитическую сетку; квадратами на кривых отмечен прирост температуры медной электролитической сетки, вычисленный Лейзегангом [3]

Зависимость температуры объекта от плотности тока для различных значений площади облучаемого участка показана на рис. 5. Полученные результаты говорят о том, что на рост температуры особенно сильно влияет величина площади облучаемого участка. Если радиус облучения

участка равен 15 μ, то в интервале плотностей тока, обычно используемых при электронномикроскопическом исследовании, температурное изменение не превышает 10°. Между тем, при облучении участка радиусом 650 μ температура уже при $5 \cdot 10^{-2}$ А $см^{-2}$ достигает 170°.

На рис. 6 приведены температурные зависимости для объекта, нанесенного на электролитическую сетку, при различных значениях радиусов облучаемого участка. Кривая *1* соответствует случаю, когда облучение производилось по схеме *1*, кривая *2* (см. в нижнем углу рисунка)— по схеме *2*, $r = 40$ μ; кривые *3* и *4* получены при $r = 160$ μ и $r = 800$ μ соответственно; $U = 70$ kV. В данном случае температура объекта устанавливалась в течение 1 мин, а не мгновенно, как это имело место для пленки, нанесенной на диафрагму с большим отверстием. Медленный рост и спад температуры объясняется, по-видимому, тем, что теплоемкость сетки значительно превышает теплоемкость напыленных слоев. На этом же графике отмечены значения температур медной электролитической сетки, вычисленные Лейзегангом [3].

Как известно, для наблюдения на экране изображения с увеличением 10 000÷30 000× необходимо иметь плотность тока на объекте порядка 10^{-1}А $см^{-2}$. Как показали наши измерения, температура объекта (металлический слой толщиной 800 Å) достигает 20° при увеличении в 10 000× и 50° — при увеличении 30 000×, если над объектом находится защитная диафрагма радиусом 40 μ. Если защитная диафрагма отсутствует, то температура объекта достигает 200° уже при увеличении 10 000×. Таким образом, применение защитной диафрагмы над объектом или двухлинзового конденсора, благодаря которым можно уменьшить площадь облучаемого участка, позволяет понизить температуру объекта во много раз.

Цитированная литература

1. Leisegang S., The Proceedings of the third International Conference on Electron Microscopy, p. 176.— London, 1954; London, 1956.
2. Jamaguchi S., Z. Physik, **134**, 618 (1953); Z. Angev. Phys., 8, 218 (1956).
3. Leisegang S., Schott O., Electron Microscopy Proceedings of the Stockholm Conference, September, 1956.— Stockholm, 1956.

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР

Т. XXIII, № 6 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1959

И. Г. СТОЯНОВА и А. Л. ЗАЙДЕС

НЕКОТОРЫЕ ОСОБЕННОСТИ ИССЛЕДОВАНИЯ ВЫСОКОМОЛЕКУЛЯРНЫХ СОЕДИНЕНИЙ ПРИ ПОМОЩИ ЭЛЕКТРОНОВ

Особенности строения высокомолекулярных соединений, а также специфика электронных приборов приводят к тому, что в ряде случаев эти соединения плохо поддаются исследованию при помощи электронных пучков. Основные факторы, влияющие на получаемую дифракционную картину, следующие.

1. Исследования при помощи электронов требуют высокого вакуума, что приводит к резкому обезвоживанию объекта. Между тем в некоторых высокомолекулярных соединениях вода участвует в организации их структуры. К таким соединениям относятся в первую очередь биологические объекты; удаление воды за счет испарения в вакууме может привести к изменению их структуры. Так, например, хорошо известно, что полностью обезвоженные желатин и коллаген дают аморфную рентгенограмму [1], в то же время на рентгенограмме воздушно-сухого желатина или коллагена можно наблюдать ряд интерференций кристаллического характера. Лишь помещение объекта в среду с различной степенью насыщения ее парами позволит избежать вредного влияния вакуума.

2. На результаты исследования влияет специфичность структуры высокомолекулярных соединений. Эти вещества состоят из структур типа длинных цепочек. В каждой цепочке имеется какой-то элемент узора, повторяющийся на правильных интервалах по всей длине цепочки. Например, целлюлоза состоит из цепочек β-глюкозы; волокнистые белки (шерсть, коллаген, шелк и др.) — из полипептидных цепей. Однако упаковка структурных элементов полимера является искаженной по сравнению с той упаковкой, которая существовала бы для этих элементов в регулярной системе. Характер искажений зависит от степени гибкости цепей. Наличие больших искажений в структуре полимера доказывается рентгенографически по резкому спаду интенсивности интерференций при увеличении угла рассеяния [2]. Вследствие этих искажений когерентность сохраняется лишь для системы сравнительно близко расположенных элементов. Эта особенность сказывается на дифракционной картине, где наряду с четкими интерференционными максимумами за счет упорядоченных областей наблюдается и диффузная картина. Выявление той или иной картины зависит от ряда факторов. Если число упорядоченных областей сравнительно невелико, то диффузный фон за счет различного рода искажений часто затемняет кристаллические интерференционные максимумы. В этом случае для выявления упорядоченных областей необходимо резко снизить диффузный фон. Это может быть достигнуто за счет уменьшения толщины пленки и диаметра облучаемого участка. В то же время количество рассеивающих центров должно быть достаточным для получения интенсивной интерференционной картины. В соответствии с этими требованиями необходимо подобрать соответствующую толщину пленки, которая удовлетворяла бы этим двум условиям. Снижению диффузного фона способствует также повышение ускоряющего напряжения, которое вызывает изменение в соотношении интенсивностей интерференционных максиму-

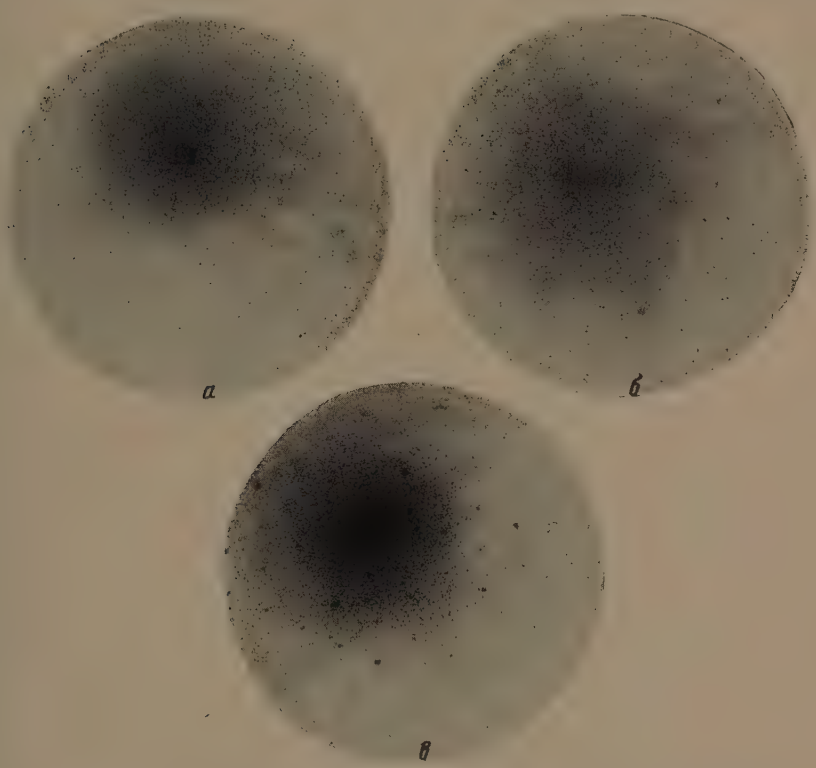


Рис. 1. Дифракционные спектры, полученные при ускоряющих напряжениях: *а* — 45 kV, *б* — 72 kV, *в* — 84 kV

Рис. 2. Последовательные стадии дифракционной картины коллагена

мов и фона. Это влияние хорошо иллюстрируется дифракционными спектрами, полученными при трех ускоряющих напряжениях с одного и того же объекта, содержащего упорядоченные и неупорядоченные участки (рис. 1)

3. Специфика структуры высокомолекулярных соединений приводит к тому, что эти соединения легко поддаются воздействию ионизирующего излучения. Влияние ионизирующего излучения особенно четко выявляется при электронографическом методе исследования, который позволяет визуально наблюдать за структурными изменениями в объекте. В этом отношении электронномикроскопический метод является менее чувствительным. Однако работы Ментора [3] и Нейдера [4], показавшие возможность наблюдения кристаллической решетки на электронномикроскопическом изображении, открывают и в этом направлении хорошие перспективы.

При электронографическом исследовании высокомолекулярных соединений наблюдается изменение интерференционной картины при увеличении времени облучения объекта. Это имело место при исследовании рами [5], гуттаперчи [6] и других соединений. Даже политен, в котором содержится относительно большое количество упорядоченных областей, после длительного облучения электронами дает электронограмму с тремя аморфными кольцами [7].

Изменения электронографической картины в процессе наблюдения могут быть вызваны нагреванием объекта, возникающим в результате превращения в тепло части энергии, которую теряют электроны в объекте, а также действием электронов как источника ионизирующей радиации.

О термическом действии электронов можно судить по изменению формы, рельефа и другим деформациям, наблюдаемым на электронномикроскопическом изображении. Регистрировать влияние ионизирующего излучения по изображению значительно сложнее. Тот факт, что изменение дифракционной картины происходит во времени, позволяет считать, что эти изменения не связаны с термическим действием электронного пучка, так как температура объекта во время облучения устанавливается почти мгновенно и при постоянном режиме облучения остается неизменной во времени. Следовательно, изменение дифракционной картины во времени определяется влиянием электронного пучка, как источника ионизирующей радиации, действие которого во времени суммируется. Опыт показал, что сопротивление действию радиации зависит от степени упорядоченности структуры и химического строения данного высокомолекулярного соединения. Так, для политена необходимо достаточно интенсивное облучение, чтобы вызвать разрушение его структуры. Для целлюлозы предельная норма значительно меньше; для белков она является минимальной. С этой точки зрения наиболее убедительные результаты по выявлению влияния радиации должны получиться при исследовании белков.

Нами исследовалось влияние ионизирующего действия электронов на диспергированный фибриллярный белок — коллаген, выделенный из кожного покрова и сухожилий скота. Термическое действие электронов исключалось путем подбора режима облучения, при котором температура объекта не превышала 30° (температура измерялась непосредственно в приборе [8]). Результаты показали, что электронограмма коллагена меняется во времени под влиянием электронного пучка. Дифракционная картина, полученная в первое мгновение (рис. 2,*а*), является неустойчивой и, переходя через промежуточное состояние (рис. 2,*б*), превращается в аморфную (рис. 2,*в*). Весь процесс перехода в аморфное состояние длится около 20—30 сек. Этим, возможно, объясняется тот факт, что до настоящего времени в литературе нет данных по электронографическому исследованию коллагена. Эти изменения структуры не отражаются на результатах исследования коллагена в электронном микроскопе и методом рентгеноструктурного анализа под малыми углами. Однако работа Перрона и

Райт [9] показала, что хотя такая рентгенограмма и не меняется, но свойства облученного объекта резко отличны от свойств необлученного. После облучения коллагеновые волокна становятся растворимыми в воде, что указывает на разрыв связей под влиянием электронного пучка.

Влияние ионизирующего излучения на структуру и свойства высокомолекулярных соединений изучалось неоднократно [10], причем изучению подвергались соединения как в растворимом (золь), так и в нерастворимом состояниях. Имеется ряд работ, указывающих на то, что под влиянием облучения рентгеновыми лучами или электронами происходит переход некоторых высокомолекулярных соединений из состояния золя в гель. Это говорит об образовании поперечных связей (сшивании) в структуре данного высокомолекулярного соединения [11].

Наряду с образованием дополнительных связей может иметь место и разрушение уже существующих связей. Так, для некоторых высокомолекулярных соединений наблюдалось выделение водорода при облучении [10, 11]. Это говорит об изменении химического состава, вызванном облучением. Вообще сопротивление разрушающему действию облучения зависит как от структуры (количества водородных и других связей в структуре), так и от химического состава данного соединения. Хенох и Лапинская [12] указывают, что легко разрушаются аминокислоты жирного ряда, причем, чем меньше длина цепи данной аминокислоты, тем легче идет разрушение. Авторы исследовали влияние радиоактивного кобальта на аминокислоты (глицин, аланин и лейцин), причем ими было обнаружено, что из этого ряда легче всего разрушается глицин. Ими было также установлено, что и аминокислоты с ароматическими кольцами так же легко разрушаются. С другой стороны, под воздействием электронов легко разрушаются водородные и эфирные связи [13].

В коллагене предполагается присутствие большого числа водородных связей, а также некоторого числа эфирных связей, которые, по-видимому, стабилизуют структуру и делают коллаген нерастворимым в воде. Что касается химического состава, то коллаген состоит из большого набора аминокислот, принадлежащих как к жирному, так и ароматическому ряду, причем глицина, например, в нем содержится до 27% от общего количества аминокислот. Следовательно, как по химическому составу, так и по структурным особенностям коллаген может быть неустойчивым к действию радиации. Интересно отметить образование промежуточного состояния, которое мы иллюстрировали выше (рис. 2,*б*). Это может служить указанием на то, что не все связи рвутся одновременно. Такое предположение вероятно, так как в коллагене имеются различного рода связи, энергии образования которых должны различаться между собой.

Таким образом, результаты детального исследования изменения структуры высокомолекулярных соединений под воздействием электронного пучка привели нас к выводу, что при электронографическом исследовании этих соединений необходимо принять ряд мер, исключающих возможность изменения объекта в процессе исследования. Соблюдение этих условий приводит к возможности выявления большего числа деталей структуры по сравнению с рентгеновским методом исследования при использовании, например, K_α-излучения Cu.

Выводы

Показано, что для точного воспроизведения структуры некоторых высокомолекулярных соединений необходимо:

а) снизить термический эффект за счет ограничения участка облучения объекта;

б) снизить радиационный эффект за счет уменьшения интенсивности облучения;

в) повысить ускоряющее напряжение для уменьшения интенсивности диффузного фона;

г) тщательно подобрать толщину объекта с тем, чтобы получить оптимальное соотношение интенсивностей интерференционных максимумов и фона.

Электронографические исследования позволяют получить более детальную картину структуры высокомолекулярного соединения по сравнению с методом рентгеноструктурного анализа; оба метода дополняют друг друга.

Цитированная литература

1. Katz J., Derksen J., Recueil trav. chim., **51**, 513 (1932).
2. Зайдес А. Л., Соколов С. И., Строение и физико-химические свойства каучука, коллагена и производных целлюлозы, стр. 141.— Гизлегпром, 1937.
3. Menter J. W., Electron Mikroscopy, Proceed. of the Stockholm, Conference, p. 88, Sept, 1956.
4. Neider R., Electron Mikroscopy.Proceed. of the Stockholm, Conference, p. 93, Sept. 1956.
5. Зайдес А. Л., Синицкая И. Г., Докл. АН СССР, **80**, 213 (1951).
6. Дерягин Б. В., Кротова Н. А., Адгезия, стр. 240.— Изд. АН СССР, 1949.
7. Зайдес А. Л., Стоянова И. Г., Докл. АН СССР, **107**, 711 (1956).
8. Стоянова И. Г., Белавцева Е. М., Авт. свид. № 113814, 1957.
9. Perron R., Wright B., Nature, **166**, 863 (1950).
10. Simcha K., Wall L., J. Phys. Chem., **61**, 425 (1957); Карпов В., Зверев Л., Сб. работ по радиационной химии.— 1955.
11. Callinan T., J. Electrochem. Soc., **103**, 292 (1956).
12. Хенох М. А., Лапинская Е. М., Докл. АН СССР, **104**, 746 (1955); Докл. АН СССР, **110**, 125 (1956).
13. Littl K., The Proceedings of the third International Conference on Electron Microscopy.— London, 1956.

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР

Т. XXIII, № 6 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 59

Е. М. ДУБИНИНА, Г. В. СПИВАК и И. А. ПРЯМКОВА

О ПОЛУЧЕНИИ ИЗОБРАЖЕНИЙ В ИМПУЛЬСНОМ РЕЖИМЕ В ЭМИССИОННОМ МИКРОСКОПЕ ВЫСОКОГО РАЗРЕШЕНИЯ

Для изучения распределения эмиссии по поверхности катода в стационарном режиме методы эмиссионной электронной микроскопии являются весьма эффективными. Интерес к наблюдению картины импульсной эмиссии вызван тем, что существует значительное число электронных приборов, в которых используется импульсная эмиссия активных катодов. Эмиссионно-микроскопические исследования катодов в таком режиме представляют известные трудности. Прежде всего следует отметить малую интенсивность свечения экрана, затрудняющую исследования, особенно при переходе к длительностям импульсов приложенного напряжения, меньшим 1 мксек.

Известно, что на характер работы активного катода существенное влияние оказывает напряженность электрического поля у его поверхности. Поэтому эмиссионно-микроскопические исследования катодов целесообразно проводить в рабочем режиме, т. е. создавая у поверхности катода рабочие градиенты потенциала. Так как разрешение изображения, получаемого в эмиссионном микроскопе, тоже определяется напряженностью электрического поля у катода, улучшаясь по мере его возрастания, то получение хорошего разрешения в рабочем режиме катодов возможно лишь для некоторых частных случаев. Исключением являются электронно-оптические преобразователи изображений, в которых рабочий режим есть режим получения изображения фотокатода. Таким образом, методика получения эмиссионного изображения поверхности катода влияет на характер этого изображения как при получении изображения в стационарном режиме, так и в импульсном.

Отметим, что при получении изображения катода с помощью импульсной эмиссии играет роль не только максимальная амплитуда напряженности поля у катода, но и форма импульса. Как показали эксперименты, проведенные на стеклянной модели эмиссионного микроскопа [1], разрешение иммерсионного объектива ухудшается по мере увеличения длительности фронта нарастания и спада импульса, что и следует ожидать, так как при этом возрастает влияние разброса начальных скоростей.

Импульсный режим питания объектива осуществлялся в такой модели путем подачи высоковольтных импульсов напряжения прямоугольной формы на анод иммерсионного объектива. В пределах увеличений и разрешений, которые могут быть получены в стеклянных моделях, качество изображения в импульсном и стационарном режимах оказалось одинаковым при условии равенства максимальной амплитуды импульса напряжению при стационарном режиме. Было установлено, что длительность нарастания и спада импульса не должна превышать 0,15÷0,2 мксек.

Для проверки этого утверждения при бо́льших полезных увеличениях был использован промышленный электростатический электронный микроскоп ЭСМ-50, в котором осветительное устройство было заменено иммерсионным объективом с плоскими электродами. Максимальное увеличение такого объектива при анодном напряжении 25 kV было порядка 150×. В отличие от прежних экспериментов импульсный режим осуществлялся

путем подачи на цилиндр Венельта иммерсионного объектива, в котором луч был заперт постоянным отрицательным напряжением, положительных импульсов напряжения прямоугольной формы. Амплитуда импульсов в совокупности с величиной отрицательного смещения соответствует режиму сфокусированного изображения. Блок-схема этого устройства дана на рис. 1.

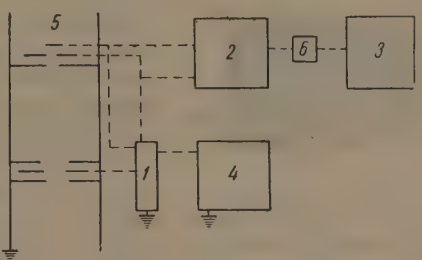


Рис. 1. Блок-схема питания электронного микроскопа для получения изображения катода в импульсном режиме: *1*—масляный потенциометр, *2* — генератор прямоугольных импульсов, *3* — запускающий генератор синусоидального напряжения; *4* — высоковольтный выпрямитель, *5* — микроскоп, *6*—фазовращатель

Для запирания электронного луча использовался масляный потенциометр *1*. Перепад напряжения на цилиндре Венельта от сфокусированного изображения до запертого был около 500 V при ускоряющем напряжении, равном 20 kV. Этот перепад определил минимальную амплитуду отпирающего электронный луч положительного прямоугольного импульса напряжения. Импульс формировался специальным генератором *2*. Частота следования импульсов задавалась стандартным запускающим генератором 104-И.

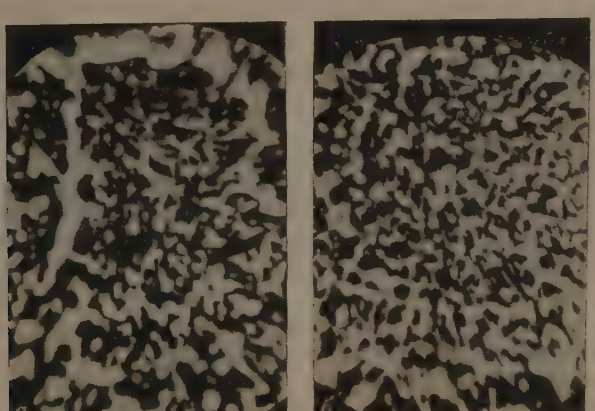


Рис. 2. Изображение оксидного катода; 300 ×: *а* — стационарный режим, *б* — импульсный режим

Поскольку наиболее интересными объектами исследования в импульсном режиме являются активные катоды, нами были получены в этом режиме изображения оксидных катодов и *Л*-катодов.

Ниже представлены изображения оксидных катодов (рис. 2) в стационарном *а* и в импульсном *б* режимах при увеличении порядка 300 ×. Оказалось, что качество изображения в импульсном режиме не отличается от качества соответствующего изображения при постоянной эмиссии. Для катодов с крупнозернистой оксидной пастой, величина неровностей которых достигает 1÷2 μ, увеличение выше 200 × уже не является полезным [2]. У катодов с небольшими шероховатостями, какими, например, являются *Л*-катоды, возможно получение бóльших полезных увеличений. Для таких катодов была введена вторая ступень увеличения — электростатическая линза, центральный электрод которой являлся диафрагмой толщиной 1 мм и диаметром отверстия 3 мм. Потенциал ее мог плавно меняться от потенциала анода до потенциала фокусирующего электрода. В результате в импульсном режиме были получены изображения *Л*-като-

дов с электронооптическим увеличением 2200 × (рис. 3). Как видно, эмиссионное изображение *Л*-катода достаточно контрастно.

Эксперименты, проведенные по получению изображений катодов в импульсном режиме, позволяют сделать вывод, что эмиссионно-микроскопические исследования катодов возможны не только при постоянном режиме работы катода, но и при импульсном. При сравнении изображений катодов в обоих режимах разницы в эмиссионных картинах, кроме изменения яркости изображения, обнаружить не удалось. Иными словами, в импульсном режиме не появляются новые центры эмиссии.

Рис. 3. Изображение *Л*-катода в импульсном режиме; 2200 ×

Удовлетворительное качество изображений в импульсном режиме на сравнительно больших увеличениях открывает одну интересную возможность в будущем. Импульсный режим можно использовать не только для исследования соответствующей эмиссии, но и для получения серии снимков, иллюстрирующих протекание какого-либо периодического процесса на катоде. Так, например, известно [3], что методами электронной оптики можно наблюдать доменную структуру ферромагнетиков и сегнетоэлектриков. Представляет большой интерес осуществление возможности исследования, например у ферромагнетика, доменной структуры при изменении подмагничивающего поля на высоких частотах. Действительно, для этого достаточно с помощью импульса напряжения, подаваемого на модулятор, открывать электронный луч только при определенной фазе переменного процесса. Разрешение процесса во времени будет зависеть от относительной продолжительности импульса по сравнению с периодом исследуемого явления.

Нами была собрана такая стробоскопическая схема. С этой целью была осуществлена синхронизация между подаваемыми прямоугольными импульсами напряжения и периодическим процессом на катоде. Наличие фазовращателя *6* (рис. 1) делало возможным запуск генератора с любым сдвигом фаз по отношению к синхронизирующему напряжению, которое одновременно вызывало некоторое периодическое явление на катоде. К сожалению, ко времени опробования стробоскопа мы не располагали образцами, на которых можно было бы получить изображение доменной структуры с высоким разрешением и, следовательно, исследовать влияние быстропеременного подмагничивания. В качестве объекта пришлось взять оксидный катод прямого накала с очень тонкой никелевой подложкой, подогреваемый переменным током.

Были получены изображения оксидных и *Л*-катодов в импульсном режиме со сдвигом фаз 0 и $\pi/2$ импульса по отношению к переменному напряжению накала, что соответствует максимальной и минимальной температуре катода. Длительность импульса равнялась 2 мксек. В результате в силу большой инерционности теплового процесса удалось обнаружить лишь очень слабое изменение тока луча, свидетельствующее о работе схемы; изображение же, как и следовало ожидать, осталось неизменным.

Физический факультет
Московского гос. университета
им. М. В. Ломоносова

Цитированная литература

1. Спивак Г. В., Дубинина Е. М., Докл. АН СССР, 88, 673 (1953); Вестн. Моск. ун-та, **2**, 27 (1953); Домбровская Т. Н., Дубинина Е. М., Спивак Г. В., Вестн. Моск. ун-та, **10**, 25 (1954); Прилежаева И. Н., Лившиц В. В. Спивак Г. В., Ж. техн. физ., **25**, 97 (1955).
2. Виноградов Д. П., Изв. АН СССР. Сер. физ., **20**, 10 (1956).
3. Спивак Г. В., Канавина Н. Г., Сбитникова И. С., Прилежаева И. Н., Домбровская Т. Н., Азовцев В. К., Изв. АН СССР. Сер. физ., **21**, 1177 (1957).

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР

Т. XXIII, № 6 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1959

Л. Н. МАЛАХОВ и Ю. В. ВОРОБЬЕВ

ТОЧНОСТЬ ПЕРЕДАЧИ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ПОТЕНЦИАЛА ТЕНЕВЫМ ЭЛЕКТРОННООПТИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

В теневом электронооптическом методе [1] для наблюдения электромагнитных полей в окрестности объекта и на его поверхности используют теневое изображение сетки, расположенной вблизи фокальной плоскости объектива. Одним из основных вопросов, возникающих при применении этого метода, является вопрос о расшифровке результатов наблюдений и определении поля на объекте по искажениям теневой картины сетки. В работах Мартона и его сотрудников [1—3] исследованы методы расшифровки при изучении магнитных полей в окрестности объекта. Электростатические поля рассмотрены лишь для некоторых частных случаев. В настоящей работе исследуется вопрос о возможностях теневого метода при изучении распределения электрического потенциала по поверхности объекта.

1. Связь между отклонением электронов в поле объекта и искажением теневой картины сетки

Пусть параллельный пучок электронов падает на объект, за которым находится электронная линза L, создающая на экране изображение объекта (рис. 1). За фокусом линзы расположена мелкая сетка, теневая картина

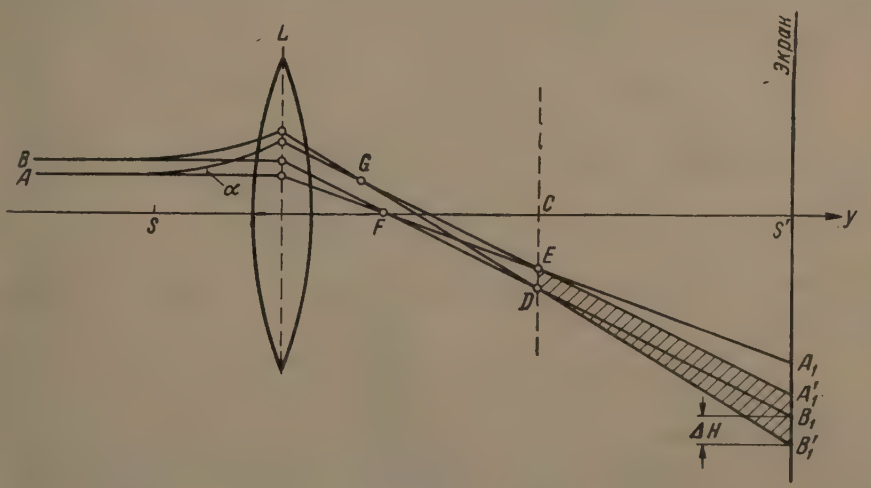


Рис. 1. Схема установки

которой накладывается на изображение объекта. При появлении на объекте напряжения проходящие вблизи него электроны отклоняются возникающим электрическим полем; при этом теневое изображение сетки будет искажаться. Легко показать, что величина происходящего при этом смещения изображений точек сетки в выбранном направлении для достаточно

больших увеличений определяется формулой

$$\Delta H = \frac{\alpha f^2}{a} M, \tag{1}$$

где α — угол отклонения электронов полем объекта в выбранном направлении, f — фокусное расстояние линзы, a — расстояние между фокусом линзы и сеткой, M — увеличение.

Величина угла отклонения электронов определяется распределением электрического поля в пространстве объекта.

2. Определение электрического поля в окрестности объекта

Мы ограничимся рассмотрением объекта, представляющего собой бесконечный клин (рис. 2). Вначале мы найдем распределение потенциала в случае, когда этот клин состоит из двух проводящих половин, разделенных между собою плоскостью, перпендикулярной к ребру клина.

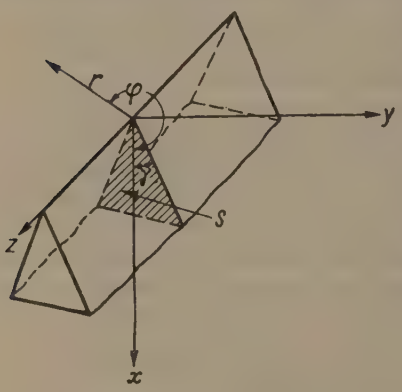


Рис. 2

Допустим для простоты, что в плоскости раздела находится двойной электрический слой с постоянной плотностью. Если направить ось z вдоль ребра клина, а оси x и y выбрать так, как это указано на рис. 2, то распределение потенциала в пространстве будет иметь вид

$$V(x, y, z) = \mu \iint_S \frac{\cos\varphi}{R^2} ds, \tag{2}$$

где S — часть плоскости раздела между двумя половинами клина, а μ — плотность диполей.

Вводя полярные координаты r и φ ($x = r\cos\varphi$, $y = r\sin\varphi$), ($z = z$), после интегрирования получим

$$V(x, y, z) = -\frac{\mu}{4\pi}\frac{z}{|z|}\left\{\operatorname{arctg}\left[\frac{\sqrt{z^2+r^2}}{|z|}\operatorname{tg}(\gamma-\alpha)\right] - \right.$$
$$\left. - \operatorname{arc\,tg}\left[\frac{\sqrt{z^2+r^2}}{|z|}\operatorname{tg}(-\gamma-\alpha)\right]\right\} - \frac{\mu}{4\pi}\frac{z}{|z|}\left\{\operatorname{arctg}\left[\frac{r}{|z|}\sin(\gamma-\alpha)\right] + \right.$$
$$\left. + \operatorname{arc\,tg}\left[\frac{r}{|z|}\sin(\gamma+\alpha)\right]\right\}. \tag{3}$$

В случае, когда угол γ мал, распределение потенциала в плоскости $y = 0$, имеет вид

$$V(x, z) = -\frac{1}{2}\frac{z}{|z|}\left[\sqrt{1+\frac{x^2}{z^2}} - \left|\frac{x}{z}\right|\right] \tag{4}$$

(здесь μ выбрана так, чтобы скачок потенциала на ребре клина в точке $z = 0$ равнялся единице). На рис. 3 приведены кривые распределения потенциала на различных высотах от ребра клина, вычисленные по формуле (4).

Перейдем к рассмотрению более общего случая, когда изменение потенциала происходит в некотором конечном слое толщиной $2l$ (рис. 4). Пусть распределение потенциала вдоль ребра клина в области $(-l, +l)$ выражается непрерывной и дифференцируемой функцией g z), а при всех остальных z потенциал постоянен и равен $+\,^1/_2$ при $z \leqslant -l$ и $-\,^1/_2$ при $z \geqslant +l$.

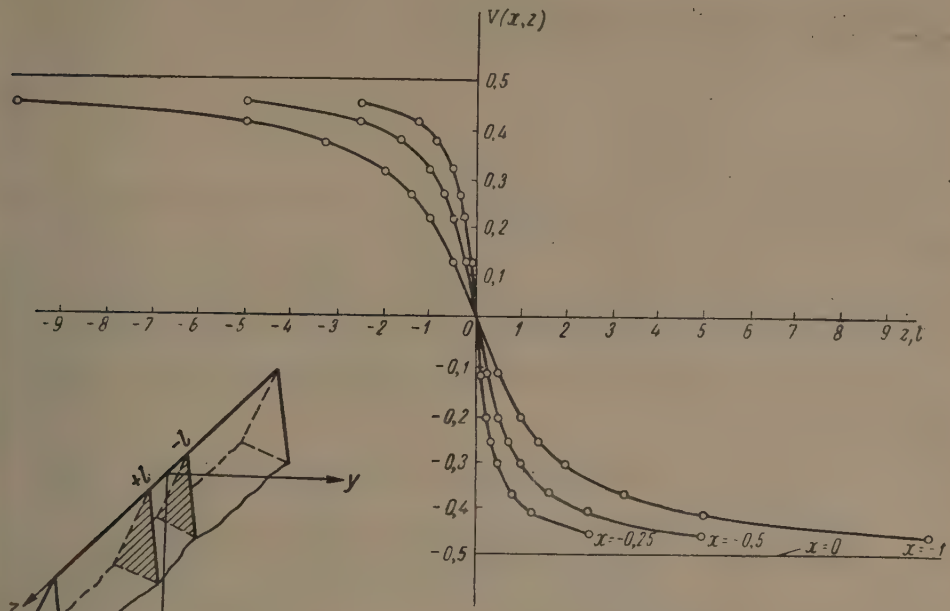
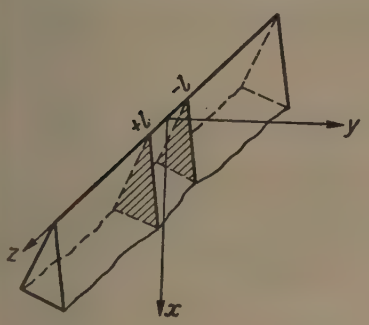


Рис. 3



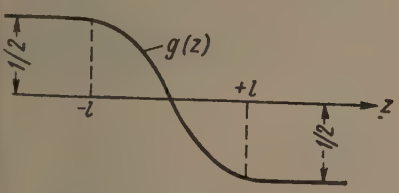


Рис. 4

Рис. 3. Кривые распределения потенциала, вычисленные по формуле (4)

Рис. 5 Кривые распределения потенциала, вычисленные по формуле (7)

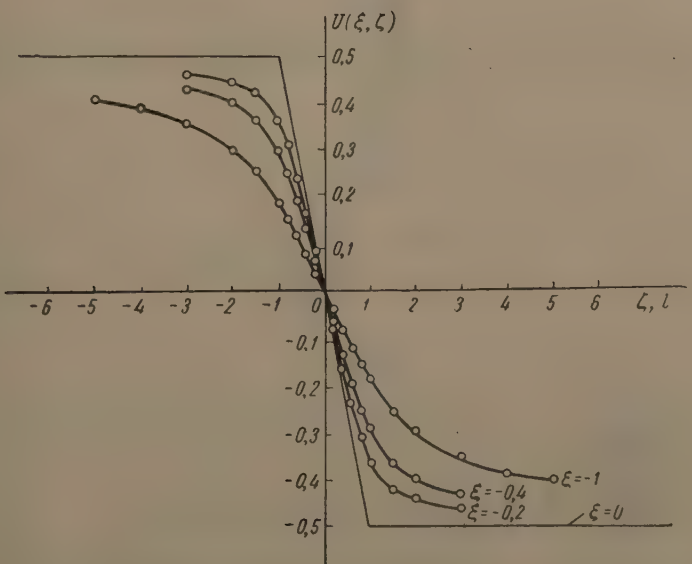


Рис. 5

Как легко видеть, в случае такого распределения потенциала поле в пространстве определяется формулой

$$U(x, y, z) = -\int_{-l}^{+l} V(x, y, z-\xi)\, g'(\xi)\, d\xi, \tag{5}$$

где $V(x, y, z)$ — потенциал скачка [3].

Для случая, когда $g(z)$ — линейная функция, потенциал $U(x, z)$ в плоскости $y = 0$ для малых γ имеет вид

$$U(x, y) = -\frac{1}{4l}\int_{-l}^{+l} \frac{z-\xi}{|z-\xi|}\left[\sqrt{1+\frac{x^2}{(z-\xi)^2}} - \left|\frac{x}{z-\xi}\right|\right] d\xi. \tag{6}$$

Производя интегрирование и вводя безразмерные переменные $\xi = \frac{x}{l}$ и $\zeta = \frac{z}{l}$, получим

$$U(\xi, \zeta) = -\frac{1}{4}\left[\sqrt{(1+\zeta)^2+\xi^2} - \sqrt{(1-\zeta)^2+\xi^2} + \right.$$
$$\left. + \frac{|\xi|}{2}\ln\frac{(\zeta-1)^2\left[\sqrt{(\zeta+1)^2+\xi^2}-|\xi|\right]\quad\left[\sqrt{(\zeta-1)^2+\xi^2}+|\xi|\right]}{(\zeta+1)^2\left[\sqrt{(\zeta+1)^2+\xi^2}+|\xi|\right]\left[\sqrt{(\zeta-1)^2+\xi^2}-|\xi|\right]}\right]. \tag{7}$$

На рис. 5 приведены кривые распределения потенциала на различных высотах от ребра клина, вычисленные по формуле (7).

3. Точность теневого метода

Зная распределение электрического поля в окрестности объекта, можно вычислить углы отклонения электронов в направлении осей x и z: α и β

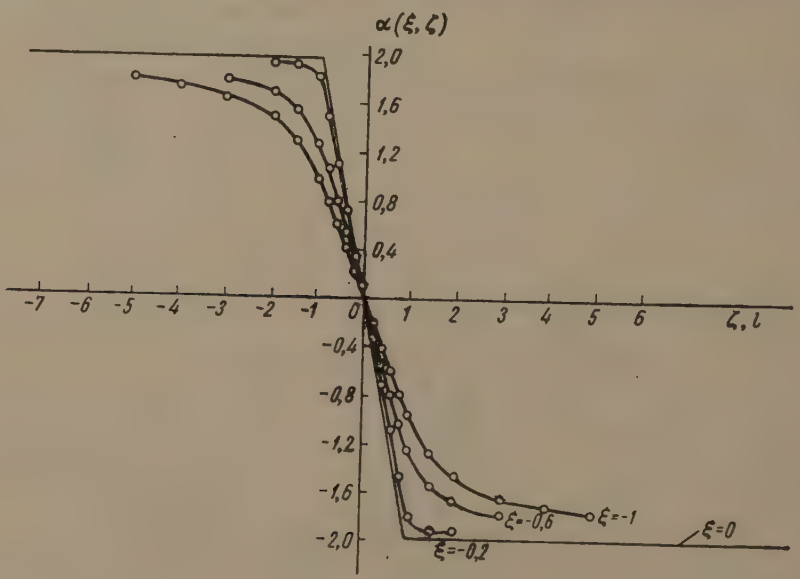


Рис. 6

Для небольших отклонений эти углы выражаются формулами

$$\alpha = \frac{\Delta V}{2V_0}\int_{-\infty}^{+\infty}\frac{\partial u}{\partial x}\,\partial y \quad \text{и} \quad \beta = \frac{\Delta V}{2V_0}\int_{-\infty}^{+\infty}\frac{\partial u}{\partial z}\,\partial y,$$

где V_0 — ускоряющее напряжение, ΔV — приложенная к объекту разность потенциалов.

Опуская подробности вычислений, приведем результаты. В случае скачка потенциала на клине α имеет вид

$$\alpha = -\frac{\pi}{4}\frac{\Delta V}{V}\frac{z}{|z|}\sqrt{1-\frac{\left|\frac{x}{z}\right|}{\sqrt{1+\frac{x^2}{z^2}}}}. \qquad (8)$$

Как видно из формулы (1), $\alpha(z,x)$ передает характер смещений полоски сетки, теневое изображение которой параллельно изображению края объекта в перпендикулярном ей направлении, что приводит к искривлению полоски. Аналогичные вычисления были проделаны и для случая линейного падения потенциала на участке $(-l, +l)$. Соответствующий характер искажений параллельных ребру объекта полосок сетки приведен на рис. 6. Углы отклонения в направлении оси z могут быть вычислены подобным же образом.

Проведенные нами расчеты, на деталях которых мы здесь не останавливаемся, показывают:

1. Для случая линейного падения потенциала в промежутке $(-l, +l)$ форма искажения параллельной ребру объекта полоски сетки, теневое изображение которой отстоит от изображения объекта на расстоянии $0{,}2\,l - 0{,}3\,l$, с достаточной точностью передает распределение потенциала на объекте.

2. Искажения полоски не позволяют судить о характере распределения потенциала на объекте, если теневое изображение этой полоски отстоит от теневого изображения объекта на расстояние l и более.

Цитированная литература

1. Marton L., Lachenbruch S., J. Appl. Phys., **20**, 1171 (1949).
2. Marton L., Lachenbruch S., J. Res. Nat. Bur. Standards, **43**, 409, (1949). RP 2033.
3. Marton L., Simson J. Arol, Lachenbruch S., J. Res. Nat. Bur. Standards, **52**, 97 (1954). RP 2478.

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР

Т. XXIII, № 6 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1959

Л. Н. МАЛАХОВ, В. Н. ВЕРЦНЕР и А. А. ЛЕБЕДЕВ

ПРИМЕНЕНИЕ ТЕНЕВОГО ЭЛЕКТРОННООПТИЧЕСКОГО МЕТОДА К ИССЛЕДОВАНИЮ ГЕРМАНИЕВЫХ p—n-ПЕРЕХОДОВ

Теневой электронооптический метод был предложен в 1949 г. Мартоном [1]. Впервые изучение полупроводниковых объектов с помощью этого метода было осуществлено Вавиловым [2]. В настоящей работе теневой метод применен для наблюдения зоны падения потенциала на германиевых p—n-переходах, что является развитием ранее опубликованной работы [3].

Принципиальная схема установки описана в работе [4], где показано (формула (1)), что величина смещения ΔH зависит от расстояния между фокусом линзы и сеткой. Поэтому в нашей установке сетка крепилась на специальном держателе, позволяющем производить перемещения вдоль оптической оси, что, в свою очередь, давало возможность изменять чувствительность схемы. Ввиду больших размеров исследуемых образцов и необходимости производить значительные перемещения объекта использовался длиннофокусный объектив. С другой стороны, применение длиннофокусного объектива повышает чувствительность к электрическим полям [4]. Ускоряющее напряжение электронов составляло 50 kV. Известно, что величина отклонения электронов в случае неизменного потенциала на объекте падает с ростом ускоряющих напряжений. Поэтому, чтобы получать достаточную чувствительность, необходимо обеспечить соответствующее увеличение сдвигов теневого изображения сетки, что, в свою очередь, связано с четкостью изображения сетки.

Четкость изображения сетки в установке была такой, что можно было применять полезное увеличение порядка 200÷300×, реализуемое при помощи проекционной линзы. Это дало возможность обнаруживать сдвиги сетки, вызываемые разностью потенциалов в 0,3 V. Установка обеспечивала возможность получения изображения объекта с разрешением 0,1—0,2 μ. Электронооптическое увеличение могло изменяться ступенями от 250× до 1000×.

Результаты наблюдений и их интерпретация

Исследуемые образцы представляли собой монокристаллы германия с p—n-переходами, полученными при вытягивании. Из такого монокристалла с готовым p—n-переходом путем шлифовки и полировки изготовлялась остроугольная призма так, чтобы зона p—n-перехода находилась приблизительно посередине и была перпендикулярной к ребру призмы (рис. 1). На основания призмы наносились омические электроды, после чего образец тщательно протравливался с целью очистки поверхности от дефектов, вызванных механической обработкой. Приготовленный объект устанавливался в специальном держателе в столике микроскопа таким образом, чтобы ребро призмы располагалось в предметной плоскости объектива. Подбиралась такая ориентация сетки, чтобы на конечном экране изображение полосок было параллельно ребру объекта.

При подаче на объект напряжения в запорном направлении из наблюдения смещения полосок сетки можно было определять местоположение

зоны падения напряжения. Для повышения точности отсчетов величины смещений сетки применялся способ «дифференциальных» снимков, заключавшийся в том, что на одну и ту же фотопластинку снимались изображения искаженной и неискаженной сетки.

Расчет показал, что форма искажения параллельной ребру объекта полоски сетки передает достаточно точно распределение потенциала на поверхности объекта лишь в том случае, когда теневое изображение полоски отстоит от изображения объекта на величину, меньшую, чем протяженность половины зоны падения потенциала [4]. Поэтому при наблюдении перепада потенциала важно иметь способ, позволяющий производить оценку ширины зоны падения напряжения, с тем чтобы выяснить, в какой мере искажение полосок сетки передает распределение потенциала на поверхности объекта.

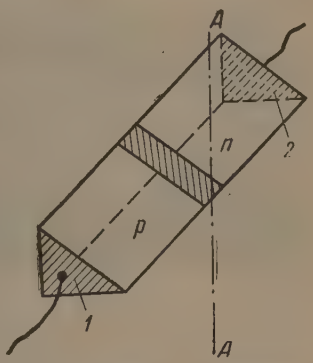


Рис. 1. Схема установки объекта: *1* и *2*—электроды; *AA* — ось микроскопа

Исследуемые объекты в первом приближении можно представить себе как две половины идеально проводящего клина, разделенные тонкой изолирующей прослойкой. На эти половины можно подавать симметричное или несимметричное относительно земли напряжение, падающее на изолирующей прослойке. В случае подачи симметричного напряжения электроны, проходящие около отрицательно заряженной половины клина, будут отталкиваться от клина, а проходящие около положительно заряженной половины — притягиваться к нему. Соответственно в разные стороны от своего первоначального положения сместится изображение полоски сетки, параллельной ребру объекта.

Точка пересечения искаженного полем изображения полоски с первоначальным ее изображением будет в этом случае соответствовать центру зоны падения напряжения. Эта точка, если она находится на небольшом расстоянии от края изображения объекта, будет соответствовать точке на поверхности объекта, в которой потенциал переходит от положительного относительно земли к отрицательному; поэтому в дальнейшем эту точку мы будем называть «нулевой». «Нулевая» точка будет наблюдаться и в случае подачи несимметричного относительно земли напряжения и также будет соответствовать той точке объекта, в которой в этом случае происходит изменение знака потенциала. Однако положение «нулевой» точки при изменении степени симметрии подаваемого на объект напряжения будет различным для случая протяженного падения потенциала и для случая, когда зона падения потенциала не разрешается теневым методом. Когда протяженность зоны падения потенциала мала, ее длиной практически можно пренебречь, и «нулевая» точка, наблюдаемая у самого края изображения объекта, не будет менять свое положение при нарушении симметрии напряжения. При протяженном падении потенциала «нулевая» точка будет перемещаться вдоль края объекта с нарушением симметрии подаваемого на объект напряжения. Таким образом, наблюдая за скольжением «нулевой» точки, можно оценить протяженность зоны падения напряжения, а зная степень асимметрии потенциала для каждого положения «нулевой» точки, можно построить кривую распределения потенциала на поверхности объекта.

На рис. 2 приведены снимки, иллюстрирующие скольжение «нулевой» точки в области $p—n$-перехода при подаче на объект напряжения в 80 V. За начало отсчета условно принята заметная точка на поверхности объекта. Снимок *а* получен при симметричном напряжении на электродах: —40 и +40 V, снимок *б* — при несимметричном: —60 и +20 V. «Нулевая» точка наблюдалась на расстоянии порядка 1μ от края образца в пересчете

на плоскость объекта. Наблюдаемое при названной степени асимметрии потенциала смещение равнялось, как видно из рис. 2, шести микронам.

Если теневой метод разрешает зону падения потенциала, то по искривлению ближайшей к краю изображения объекта полоски сетки можно судить о ходе потенциала на поверхности объекта в области запорной зоны. Для этого нужно произвести два снимка, например, при симметричном напряжении на объекте и при некоторой степени асимметрии напряжения. Данные о смещении «нулевой» точки, совместно с расчетными данными,

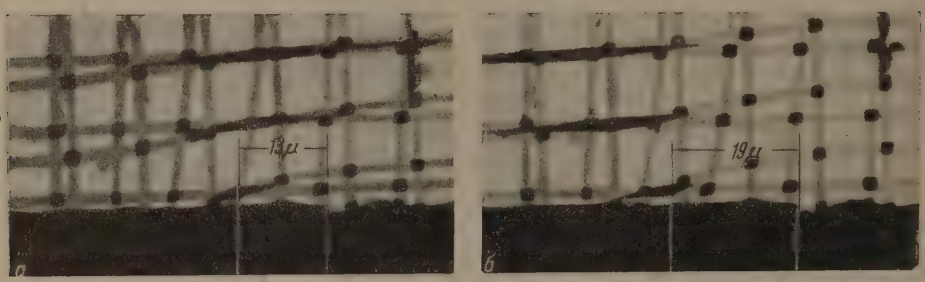


Рис. 2. Зависимость скольжения «нулевой» расчет от асимметричности поданного на объект напряжения

позволяют произвести оценку протяженности зоны и сделать выводы о соответствии искривления ближайшей к объекту полоски сетки распределению потенциала по поверхности объекта [4].

С применением вышеописанной методики были проведены измерения ширины зоны падения напряжения на поверхности германиевых p—n-переходов. Оказалось, что ширина зоны падает с уменьшением величины подаваемого на объект напряжения в запорном направлении. Кроме того, на тех же самых образцах было проведено измерение ширины зоны и ее зависимости от величины напряжения емкостным методом. Приводим результаты измерений обоими методами для образца с протяженной зоной p—n-перехода:

Напряжение, V:	20;	40;	60;	80;	100
Ширина зоны, μ (емкостный метод)	17;	20;	23,5;	26;	28
Ширина зоны, μ (электронноoптический метод)	18;	22;	—	25;	30

Расхождение между данными не превышает 10%, что находится в пределах погрешности измерений по теневому методу.

В заключение авторы считают своим приятным долгом выразить благодарность академику А. А. Лебедеву за ценные указания и обсуждение результатов настоящей работы.

Цитированная литература

1. Marton L., Lachenbruch S., J. Appl. Phys., **20**, 1171 (1949).
2. Вавилов В. С., Ж. техн. физ., **22**, 1645 (1952).
3. Верцнер В. Н., Малахов Л. Н., ЖОС, **3**, 649 (1957).
4. Малахов Л. Н., Воробьев Ю. В., См. наст. номер, стр. 765.

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР

Т. XXIII, № 6 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1959

Г. О. БАГДЫКЬЯНЦ и А. Г. АЛЕКСЕЕВ

ИЗМЕРЕНИЕ ИНТЕНСИВНОСТИ И УСТРАНЕНИЕ ФОНА РАССЕЯННЫХ ЭЛЕКТРОНОВ ПРИ ЭЛЕКТРОНОГРАФИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЯХ

Качество электронного изображения зависит от электронооптических свойств изображающей системы и процесса рассеяния электронов в объекте. Последний фактор играет большую роль с приближением разрешающей способности прибора к теоретическому пределу.

Количественные сведения о распределении рассеянных по углам электронов и об изменении их энергии после взаимодействия с электростатическим потенциалом частиц рассеивающего вещества получают главным образом из опытов по дифракции при помощи фотографической регистрации. При этом для заключения о распределении интенсивности электронов пользуются либо субъективной визуальной оценкой почернения фотопластинки, либо преобразовывают трудоемким способом микрофотометрическую кривую, описывающую плотность почернения электронограммы в каждой точке, в кривую интенсивности. При таком преобразовании должна быть известна зависимость (для данной фотопластинки) между плотностью почернения и интенсивностью воздействовавшего на нее излучения.

В широком диапазоне почернений, встречающемся при дифракции электронов, эта зависимость имеет сложный характер, а при больших почернениях фотоэмульсия практически не реагирует на изменение интенсивности электронного пучка. Поэтому желательно обладать методом более точного непосредственного количественного измерения интенсивности при дифракции электронов. Более детальные экспериментальные результаты могли бы дать импульс для дальнейшего развития теории рассеяния электронов.

Попытки разработать метод непосредственной регистрации предпринимались рядом исследователей. Леннандер [1] применял в качестве приемника счетчик Гейгера—Мюллера с входной щелью 0,5× 0,2 мм², покрытый коллодиевой пленкой толщиной 0,25 μ. Измерения одной электронограммы по отдельным точкам длились 3 час. Такаги и Сузуки [2] пользовались в качестве приемника слоями CdS. Недостаток этого приемника — большая инерционность и утомляемость.

Пфистер [3] предложил применять для этой же цели слой GaAs с p—n-переходом, перед которым устанавливалась щель 0,2 × 2 мм. Такой приемник обладает усилением около 7000 раз. В отличие от Леннандера, Пфистер получал непрерывную кривую, причем запись длилась лишь 7 мин. Во всех этих работах для регистрации различных участков изображения приемник перемещался в плоскости изображения.

Основное затруднение, возникавшее при непосредственном измерении,— очень низкая интенсивность в слабых максимумах. Согласно нашим исследованиям, плотность электронного тока в очень слабых дифракционных максимумах, регистрируемых еще фотографически, не превышает плотности тока фона более чем на 10^{-12} А см$^{-2}$. Если принять, что площадь регистрируемого участка электронограммы не должна превышать 0,1× 0,1 мм, то на приемник в слабом максимуме попадет ток, не превы-

шающий ток фона более чем на 10^{-16}А. Поэтому применяемый приемник должен иметь очень высокую чувствительность.

Нами был применен в электронографе ЭМ-4 [4] метод непосредственной регистрации, сущность которого заключается в следующем (рис. 1,*а*): участок дифракционной картины, спроектированной на экран, пропускается диафрагмой диаметром ~0,1 мм, установленной перед высокочувствительным приемником, выход которого соединен через усилитель постоян-

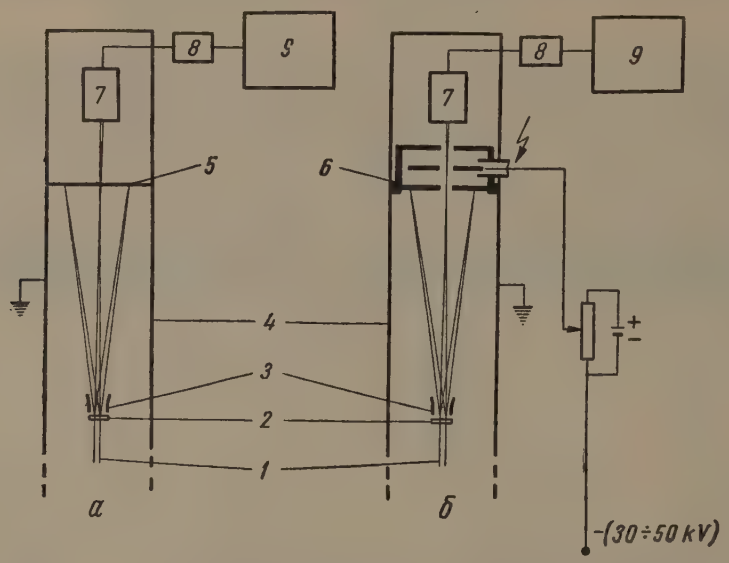


Рис. 1. *а* — Принципиальная схема приемного устройства; *б* — то же с электронным фильтром. *1* — электронный пучок, *2* — исследуемый образец, *3* — отклоняющие пластины, *4* — колонна, ограничивающая вакуумный объем, *5* — диафрагма, *6* — электронный фильтр, *7* — вторично-электронный умножитель, *8* — усилитель постоянного тока, *9* — регистрирующий потенциометр ЭПП-09

ного тока с регистрирующим электроизмерительным прибором. Дифракционное изображение перемещается относительно приемника при помощи пары отклоняющих пластин, напряжение на которых изменяется синхронно с перемещением бумаги регистрирующего прибора. Результат получается сразу в виде непрерывной кривой в координатах: угол рассеяния — интенсивность рассеяния. На рис. 2,*а* представлена подобная кривая рассеяния от поликристаллического образца NaCl.

В качестве приемника нами был применен вторично-электронный умножитель (ВЭУ) открытого типа [5]. Коэффициент умножения свежеактивированного ВЭУ при питании его 3,6 kV около 10^9. По истечении месяца работы в электронографе ЭМ-4 коэффициент умножения упал на два порядка и далее оставался постоянным.

Умножитель устойчиво работал после многократных соприкосновений с атмосферой. Напряжение на отклоняющие пластины, необходимое для регистрации электронограммы до углов, соответствующих значению $\frac{\sin\theta}{\lambda} = 0{,}8$ (около 1100 V), подается от жидкостного потенциометра, подвижный контакт которого перемещается синхронным мотором. Изменение напряжения от 0 до 1100 V происходит за время записи кривой (5 мин) практически по линейному закону.

Некоторые характеристики записывающего устройства приведены на рис. 3.

Флуктуации на кривой *а* обусловлены главным образом нестабильностью тока эмиссии и ионным током, имеющим место при вакууме не лучше

10^{-4} мм рт. ст. Поэтому применение описываемого метода требует стабилизации тока эмиссии или, по крайней мере, питания накала нити, эмитирующей электроны, аккумуляторной батареей и предъявляет повышенные требования к вакууму.

Длительность процедуры получения кривой распределения интенсивности (5 мин) практически определяется постоянной времени регистрирующего прибора (в данной работе применялся регистрирующий потенциометр ЭПП-09 со временем пробега каретки 2,5 сек).

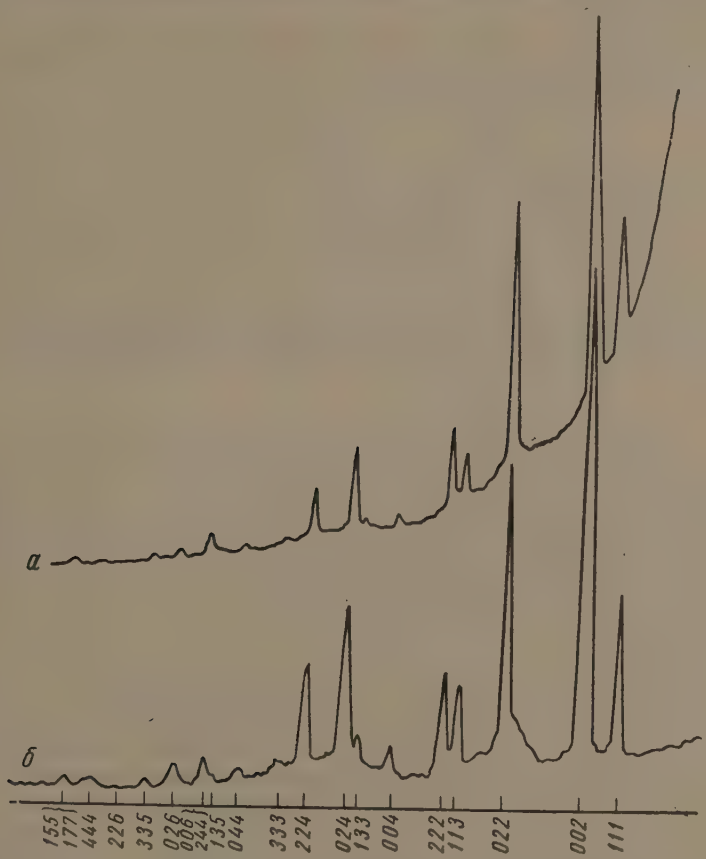


Рис. 2. *а* — Полная кривая интенсивности рассеяния электронов от поликристаллического образца; *б* — кривая интенсивности от того же объекта после отфильтровывания некогерентно рассеянных электронов

В отличие от фотографического описываемый метод позволяет определить интенсивность первичного пучка, интенсивность рассеянного излучения, начиная от угла рассеяния, равного нулю, а также измерить интенсивность в точечных рефлексах (как интегральную, так и по контуру максимума).

Описанный метод обладает также тем достоинством, что позволяет отфильтровывать фон от некогерентно рассеянных электронов и измерять только интенсивность когерентно рассеянных электронов, образующих дифракционные максимумы. Для устранения некогерентно рассеянных электронов при фотографической регистрации Берш [6] предложил помещать после исследуемого образца на пути расходящегося электронного пучка мелкую металлическую сетку, на которую подается тормозящее электрическое поле. Этот метод не получил практического применения, так как применение фильтра в виде сетки в сочетании с фотографическим

методом имеет тот недостаток, что сетка перекрывает весь расходящийся пучок электронов, вследствие чего на дифракционное изображение накладывается теневое изображение сетки.

Для отфильтровывания некогерентно рассеянных электронов в предложенном нами регистрирующем устройстве перед приемником введен электронный фильтр с тормозящим полем, состоящий из двух внешних заземленных диафрагм и одной внутренней с высоковольтной изоляцией, на которую подается небольшой положительный относительно катода потенциал (рис. 1,*б*).

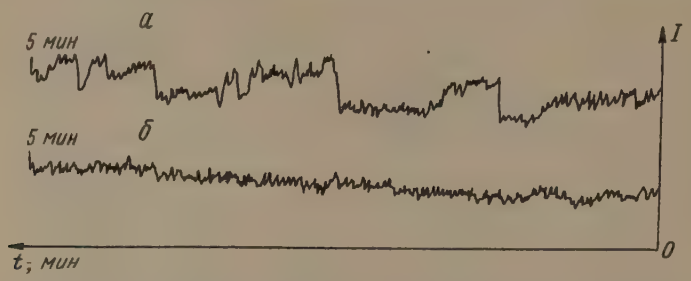


Рис. 3. *а* — Флуктуации интенсивности, регистрируемые без тренировки электронографа, *б* — то же после тренировки электронографа. Темновой ток составляет ~5% интенсивности

Первая диафрагма фильтра с диаметром около 0,1 мм, так же как и в схеме, изображенной на рис. 1,*а*, пропускает из всего дифракционного изображения только небольшой участок. Тормозящее поле между первой и второй диафрагмами задерживает из этого участка все электроны, потерявшие при рассеянии скорость, и пропускает когерентно рассеянные электроны. Последние проходят вторую диафрагму с тепловыми скоростями и вновь ускоряются электростатическим полем между второй и третьей диафрагмами. Такой фильтр не искажает распределения интенсивности когерентно рассеянных электронов.

На рис. 2,*б* приведена кривая интенсивности рассеянных электронов от NaCl, в которой некогерентное рассеяние устранено описанным выше способом. Фиксируя на высоковольтном электроде фильтра различные значения тормозящего напряжения, можно зарегистрировать в функции от угла рассеяния интенсивность электронов, рассеянных с различной потерей энергии.

Считаем приятным долгом выразить благодарность А. А. Лебедеву за внимание к работе и обсуждение результатов.

Цитированная литература

1. Lennander S., Arkiv fys., 5, 391 (1952); Ibid, 8, 551 (1954).
2. Takagi S., Suzuki T., Acta Crystallogr., 8, 441 (1955).
3. Pfister H., Z. Naturforsch. a, **12**, 217 (1957).
4. Багдыкьянц Г. О., Изв. АН СССР. Сер. физ., **17**, 255 (1953).
5. Тютиков А. М., Ефремов А. И., Докл. АН СССР, **118**, 286 (1958).
6. Boersch H., Optik, 5, 4346 (1949); Z. Phys., **134**, 156 (1953).

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР

Т. XXIII, № 6 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1959

А. А. ТРАПЕЗНИКОВ, Г. Г. ЩЕГОЛЕВ и И. И. АСТАХОВ

ЭЛЕКТРОННОМИКРОСКОПИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ УСЛОВИЙ ПРИГОТОВЛЕНИЯ ЛИТИЕВОЙ КОНСИСТЕНТНОЙ СМАЗКИ НА ЕЕ МИКРОСТРУКТУРУ

Литиевые консистентные смазки, основу которых представляет система литиевое мыло — масло, получили в последнее время большое распространение ввиду ряда преимуществ, которыми они обладают по сравнению с другими мыльными смазками. На свойства смазки существенно влияет режим охлаждения изотропного раствора мыла в масле. Этому вопросу в литературе посвящено незначительное число исследований [1—4], причем описанные в этих работах режимы охлаждения, по-видимому, не всегда обеспечивали достаточно отчетливые условия кристаллизации мыла.

Материал и методика исследования

Режим охлаждения, примененный в нашей работе, способствовал более однородным условиям образования структуры, что и позволило выяснить ее характерные особенности методом электронной микроскопии. Охлаждение 10% изотропного раствора стеарата лития в медицинском вазелиновом масле осуществлялось в две ступени. Вначале раствор ($t = 230°$), находящийся в плоском узком зазоре в специально разработанной кювете [5], охлаждался погружением кюветы в жидкостный термостат до температуры t_1 (первая ступень охлаждения) и выдерживался при этой температуре в течение определенного времени формирования структуры. Затем наступала вторая ступень охлаждения. Для этого кювета переносилась в сосуд с тающим льдом, где смазка охлаждалась до температуры $t_2 = 0°$ и выдерживалась при этой температуре в течение 30 мин. У образцов смазок, полученных при различных режимах охлаждения, определялась прочность структуры по методу тангенциально смещаемой пластинки в специально разработанном нами приборе [6].

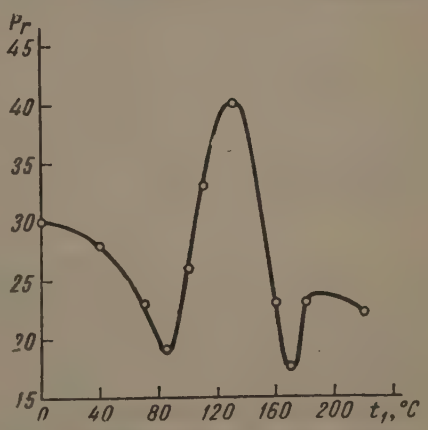


Рис. 1. Зависимость предела прочности смазки P_r (в г/см²) от температуры t_1 первой ступени охлаждения изотропного раствора мыла в масле

Зависимость предела прочности смазок P_r от температуры первой ступени охлаждения t_1, величина которой определяет режим охлаждения изотропного раствора, представлена на рис. 1. Как видно из графика, P_r проходит через два минимума, положения которых на оси абсцисс соответствуют температурам $t_1 = 85°$ и $170°$ и один максимум, соответствующий температуре $t_1 = 130°$.

Электронномикроскопическое исследование образцов смазок вдоль кривой $P_r(t_1)$ привело к интересным результатам, показывающим резкую

зависимость размера и формы волокон мыла от режима охлаждения изотропного раствора. Подготовка образцов литиевой смазки для исследования в электронном микроскопе проводилась следующим образом. Несколько капель сильно разбавленной (приблизительно 1%) суспензии смазки в авиационном бензине Б-70 наносились на коллодиевую пленку, находящуюся на сетке объектодержателя. Масло, оставшееся после испарения бензина на коллодиевой пленке и волокнах мыла, удалялось многократным промыванием чистым бензином. Подготовленные таким образом образцы оттенялись хромом или платиной при угле напыления 30—40° и изучались в электронном микроскопе УЭМ-100 при напряжении 60 kV. Фотографирование производилось при электронномикроскопическом увеличении 10500×.

Влияние температурного режима приготовления смазки

При резком охлаждении изотропного раствора от 230° до 0° ($t_1 = 0°$) образуются неоднородные стержнеобразные частицы неровного контура (рис. 2,*а*), имеющие длину 0,7÷1,5 μ и ширину порядка 0,1 μ. Помимо этих больших частиц, на снимке видны более мелкие, имеющие длину, приблизительно в 10 раз меньшую. Эти мелкие частицы являются либо самостоятельными, отдельными частицами, либо находятся на поверхности больших частиц, очевидно сросшись с ними, и ориентированы по отношению к ним под разными углами.

По-видимому, частицы таких же размеров были получены Волд [2] при резком охлаждении 25% изотропного раствора стеарата лития в *н*-гексадекане до —80°.

Режимы охлаждения изотропного раствора при $t_1 = 70°$, 85° и 110° приводят к образованию сходных между собой гладких, прямых лентообразных частиц с ровными краями и закругленными концами (рис. 2, *б*, *в*, *г*). Длина этих частиц колеблется в пределах 0,6÷1 μ при ширине около 0,1 μ. Лентообразные частицы смазки $t_1 = 110°$ имеют несколько большее отношение длины к ширине, чем частицы смазки $t_1 = 85°$. С другой стороны, частицы смазки $t_1 = 70°$ имеют бóльшую толщину, чем частицы смазок $t_1 = 85°$ и 110°. Многие из таких лентообразных частиц соединены между собой по длине «внахлест». В этом случае суммарная длина частиц достигает двух и более микрон. Наиболее тонкие ленты, толщина которых, по-видимому, не превышает 0,01÷0,02 μ, получаются при режиме охлаждения $t_1 = 85°$.

При режиме охлаждения $t_1 = 130°$ образуются длинные, тонкие, изогнутые волокна, имеющие толщину около 0,05 μ и длину от 0,5 μ до нескольких микрон (рис. 2,*д*). Многие из этих волокон соединены между собой в различных направлениях и образуют разветвленные сетчатые агрегаты.

При режимах охлаждения $t_1 = 160°$ (шестичасовая выдержка), 170° и 180° образуются частицы, резко отличные от всех предыдущих. Они имеют вид широких, коротких листиков, состоящих как бы из большого числа параллельно уложенных очень тонких волокон, имеющих ϕ 0,02÷0,04 μ (рис. 2, *е*, *ж*, *з*). Длина этих частиц 1,2—1,5 μ при ширине 0,2÷0,5 μ. Толщина частиц составляет в большинстве случаев не более 0,02÷0,05 μ.

Было проведено исследование влияния времени выдержки смазки при температуре t_1 на характер образующихся волокон. На рис. 2, *и* показаны частицы из смазки, полученной по режиму охлаждения $t_1 = 130°$ с шестичасовой выдержкой при температуре t_1. Как видно из сравнения рис. 2,*и* и 2,*д* (получасовая выдержка при $t_1 = 130°$) при длительной выдержке имеет место сильное укрупнение волокон, причем в основном за счет увеличения толщины (более 0,1 μ, по сравнению с 0,05 μ при $t_1 = 130°$ с получасовой выдержкой).

Рис. 2. (а — е) Электронномикроскопические снимки микроволокон литиевого мыла из смазок, полученных при различных режимах охлаждения

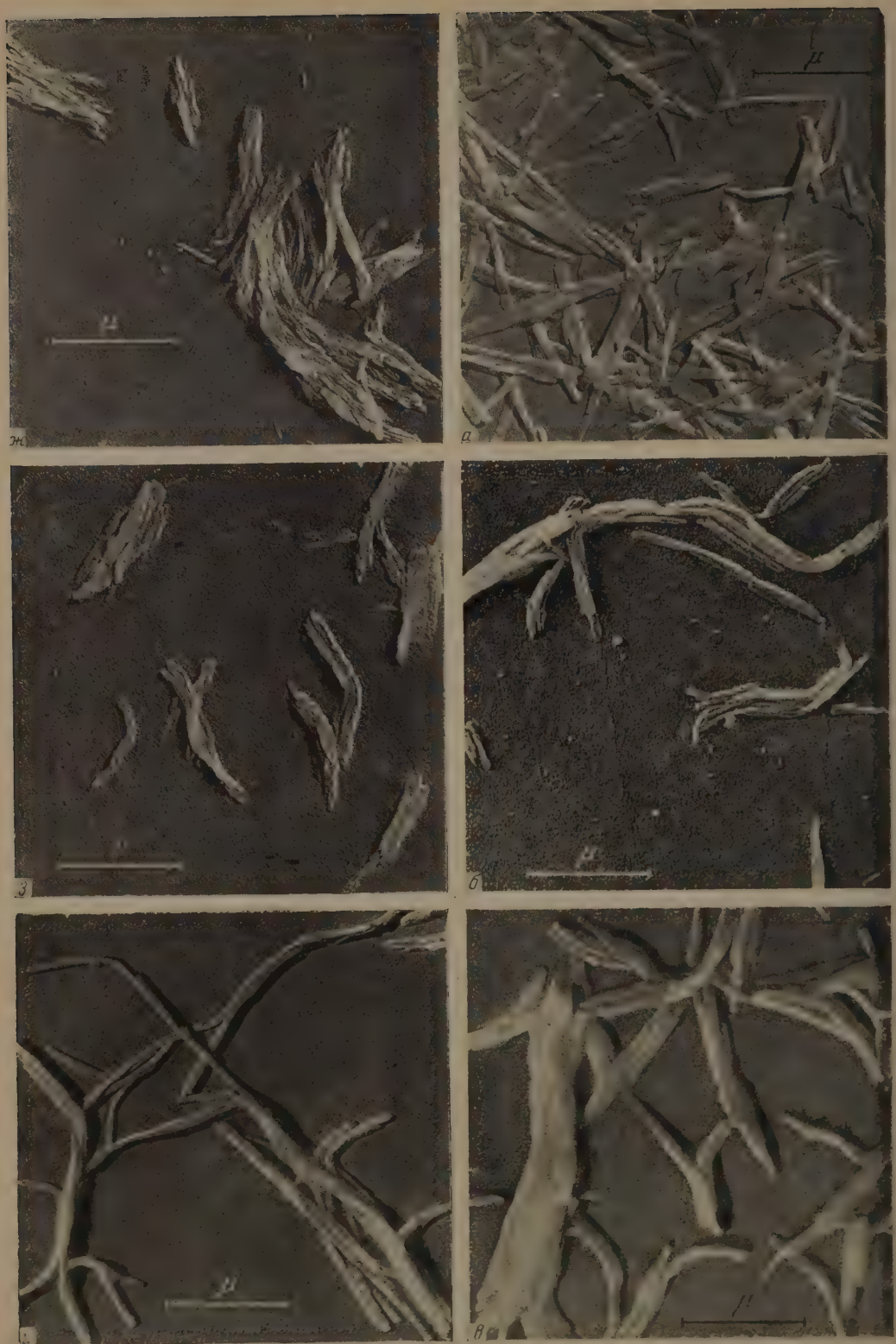


Рис. 2 (*ж—и*) Электронномикроскопические снимки микроволокон литиевого мыла из смазок, полученных при различных режимах охлаждения

Рис. 3. Электронномикроскопические снимки микроволокон литиевого мыла из смазок, содержащих добавки нониловой кислоты

Влияние добавок

Нами изучалось также влияние добавки насыщенной жирной кислоты при приготовлении смазки на ее свойства [7] и микроструктуру. Смазки готовились по режиму охлаждения $t_1 = 70°$ с выдержкой при температуре t_1 в течение 30 мин. и содержали 10% стеарата лития в медицинском вазелиновом масле. Добавление к смазке ониловой кислоты в количестве $1{,}8 \cdot 10^{-2}$ моля на моль стеарата лития приводит к образованию волокон (рис. 3,*а*), сходных по форме с волокнами, образующимися при том же режиме охлаждения изотропного раствора без введения добавки. Однако ширина частиц при этом уменьшается — 0,05÷0,08 μ (вместо 0,1 μ для частиц из смазки без добавки).

Добавка ониловой кислоты в количестве $18 \cdot 10^{-2}$ моля на моль LiSt при том же режиме охлаждения приводит к образованию совершенно другого типа частиц. Они имеют вид (рис. 3,*б*) изогнутых стержней неравномерной толщины, часто соединенных между собой различным образом. Длина их колеблется от 0,8 до 2 μ, ширина — от 0,1 до 0,4 μ. При выдержке этого образца смазки при комнатной температуре в течение 1 года имеет место дальнейшее значительное укрупнение частиц (рис. 3,*в*), что, по-видимому, связано с рекристаллизацией. Приблизительно при той же самой форме они достигают в длину 5 μ, а в ширину 0,6 μ.

Найденные различия в форме и размерах частиц связаны с условиями кристаллизации мыла — числом зародышей и скоростью их роста, определяющимися скоростью охлаждения изотропного раствора и температурой выдержки. Кроме того, определенное влияние на размер и форму волокон мыла оказывает изменение фазового состояния мыла, происходящее при изменении температуры t_1. Полученные нами микрофотографии волокон мыла позволяют объяснить характер зависимости $P_r(t_1)$. Наибольшая прочность структуры при $t_1 = 130°$ связана с образованием структурной сетки, состоящей из длинных, тонких волокон. Наименьшая прочность при $t_1 = 85°$ объясняется образованием лентовидных прямых частиц, легко скользящих одна по другой. Повышение прочности при переходе к $t_1 = 0°$ связано с измельчением частиц и возникновением шероховатости поверхности, повышающей взаимное трение частиц. Понижение прочности при $t_1 = 170°$ можно связать с возникновением небольшого числа коротких листочкообразных частиц, почти не способных к взаимному переплетению.

Выводы

1. Изучено влияние температурного режима приготовления литиевой консистентной смазки на ее микроструктуру.

2. Показано, что ониловая кислота, добавляемая к смазке в качестве присадки, оказывает значительное влияние на характер образующих ее микроволокон мыла.

Институт физической химии
Академии наук СССР
Институт электрохимии
Академии наук СССР

Цитированная литература

1. Evans D., Hutton J. F., Matthews J. B., J. Appl. Chem., **2**, 252 (1952).
2. Vold M. J., J. Phys. Chem., **60**, 439 (1956).
3. Licata F. J., Nat. Petrol. News, **25**, 23 (1933).
4. Hotten B. W., Birdsall D. H., J. Colloid. Sci., **7**, 284 (1952).
5. Трапезников А. А., Щеголев Г. Г., Коллоидн. ж. (в печати) (1960).
6. Щеголев Г. Г., Толмачев А. М., Трапезников А. А., Заводск. лаборатория **25**, *5* (1959).
7. Трапезников А. А., Щеголев Г. Г., Коллоидн. ж., **21**, *3* (1959).

ПОПРАВКИ

1. В журнале «Известия АН СССР. Серия физическая» за 1958 г. (22, *6*) в статье Г. Бартельса «О спектре оптически плотной плазмы» на стр. 744 в подписи под рис. 4 формула должна иметь вид:

$$\overline{Y}(\tau_0,\ p) = e^{-\frac{\tau_0}{2}}\left[\frac{\tau_0}{2}(1-p) + pSi\,\frac{\tau_0}{2} + \frac{1}{\sqrt{p}}Si\,\frac{\tau_0\sqrt{p}}{2}\right].$$

2. В № 10 за 1958 г. (22) формулу (2) на стр. 1278 нужно читать:

$$\bar{\mu} = \frac{3 + (\hat{\mu} - 1)\,(2p + 1)}{3 + (\hat{\mu} - 1)\,(1 - p)}\ ; \qquad (2)$$

формулу (3):

$$\bar{\mu} = \hat{\mu}^p. \qquad (3)$$

На стр. 1280 формулу (6) нужно читать:

$$\lg \bar{\mu} = p_1 \lg \hat{\mu}_1 + p_2 \lg \hat{\mu}_2. \qquad (6)$$

На стр. 1279 в табл. 1 заголовок графы 3 должен выглядеть: $\hat{\mu}_н$, $Gs\,Oe^{-1}$, заголовок граф 4 и 5: $\bar{\mu}$, $Gs\,Oe^{-1}$.

На стр. 1281 в табл. 3 цифры 0,5 и 0,88, обозначающие коэффициенты заполнения магнетодиэлектрика, необходимо поменять местами.

СОДЕРЖАНИЕ

МАТЕРИАЛЫ II ВСЕСОЮЗНОГО СОВЕЩАНИЯ ПО ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ

(Продолжение, см. № 4 за 1959 г.)

Н. М. Попов и Б. Б. Звягин. Изучение минералов методом микродифракции в электронном микроскопе-электронографе с ускоряющим напряжением 400 kV . . . 670

В. Н. Верцнер. Исследование структуры PbS-сублиматов методами электронной микроскопии и электронографии . . . 673

Р. Я. Берлага. Структура и фотоэлектрические свойства сернисто-свинцовых слоев . . . 676

А. М. Решетников. Электронномикроскопическое исследование структуры тонких пленок сернистой сурьмы, полученных испарением в вакууме и в атмосфере азота при давлениях ниже 4 мм рт. ст. . . . 680

А. А. Петрова, Е. В. Цветкова и В. М. Горшунова. Электронномикроскопическое исследование тонкодисперсного карбонильного железа . . . 687

Д. В. Фетисов, Ф. У. Спектор, В. И. Милютин и К. К. Расплетин. О разрешающей способности электростатического электронного микроскопа . . . 690

Ю. В. Воробьев. О предельной разрешающей способности эмиссионного электронного микроскопа . . . 694

Г. В. Спивак и В. И. Любченко. О разрешающей способности иммерсионного объектива при наличии электрических и магнитных микрополей на катоде . . 697

А. М. Страшкевич. Электронооптические свойства квадрупольных электростатических линз . . . 706

П. П. Касьянков. Об одном методе теоретического исследования свойств стигматора . . . 711

Г. В. Дер-Шварц и С. А. Беленький. К вопросу о влиянии одной хроматической аберрации дюстировки на разрешение отражательного электронного микроскопа . . . 716

И. Г. Стоянова и А. И. Кабанов. Исследование потерь энергии электронов в тонких слоях газов . . . 719

Д. П. Виноградов. О влиянии объемного заряда на изображение, получаемое в эмиссионном электронном микроскопе . . . 722

А. С. Лыкин и К. А. Печковская. Электронномикроскопическое исследование вулканизатов натурального и синтетических каучуков . . . 725

Г. В. Спивак, Н. А. Прямкова и Э. Играс. О наблюдении доменов ферромагнетиков и сегнетоэлектриков при помощи электронного зеркала . . . 729

Н. С. Сбитникова, Г. В. Спивак и Н. М. Сараева. Электронная микроскопия температурных изменений магнитной микроструктуры ферромагнетиков . . 734

Ю. Н. Смолин и А. Н. Корелова. Исследование шлифованной поверхности стекла и некоторых полирующих порошков при помощи электронного микроскопа . . . 738

А. И. Крохина и Г. В. Спивак. Изучение структурных изменений диэлектриков, подвергнутых воздействию температуры химического травления и ионной бомбардировки . . . 741

В. Е. Юрасова, Г. В. Спивак и Ф. Ф. Кушнир. Методика выявления структуры металлов и сплавов ионной бомбардировкой . . . 744

А. М. Соловьев и В. Н. Верцнер. Применение электронного микроскопа ЭМ-3 для проведения локального рентгено-спектрального анализа . . . 750

Н. Г. Стоянова и Е. М. Белавцева. Исследование термического действия электронов на объект в электронном микроскопе . . . 754

И. Г. Стоянова и А. Л. Зайдес. Некоторые особенности исследования высокомолекулярных соединений при помощи электронов . . . 758

Е. М. Дубинина, Г. В. Спивак и Н. А. Прямкова. О получении изображений в импульсном режиме в эмиссионном микроскопе высокого разрешения . . . 762

Л. Н. Малахов и Ю. В. Воробьев. Точность передачи распределения потенциала теневым электронооптическим методом . . . 765

Л. Н. Малахов, В. Н. Верцнер и А. А. Лебедев. Применение теневого электронооптического метода к исследованию германиевых p — n-переходов . . . 770

Г. О. Багдыкьянц и А. Г. Алексеев. Измерение интенсивности и устранение фона рассеянных электронов при электронографических исследованиях . . . 773

А. А. Трапезников, Г. Г. Щеголев и В. Н. Астахов. Электронномикроскопическое исследование влияния условий приготовления литиевой консистентной смазки на ее микроструктуру . . . 777

Цена 12 руб.

ЖУРНАЛЫ АКАДЕМИИ НАУК СССР

Открыта подписка на 2-ое полугодие 1959 года

Названия журналов	К-во номеров в полугодие	Полугодовая цена
ОБЩЕАКАДЕМИЧЕСКИЕ ЖУРНАЛЫ		
Вестник Академии наук СССР	6	48
Доклады Академии наук СССР (без папок)	18	259—20
Доклады Академии наук СССР (с шестью коленкоровыми папками с тиснением)	18	271—20
Известия Карельского и Кольского филиалов АН СССР	2	14
Известия Сибирского отделения АН СССР	6	42
Природа	6	42
ФИЗИКО-МАТЕМАТИЧЕСКИЕ НАУКИ		
Акустический журнал	2	24
Астрономический журнал	3	49—50
Журнал технической физики	6	63
Журнал экспериментальной и теоретической физики	6	144
Известия Академии наук СССР, серия геофизическая	6	90
Известия Академии наук СССР, серия математическая	3	45
Известия Академии наук СССР, серия физическая	6	72
Кристаллография	3	45
Математический сборник	6	72
Оптика и спектроскопия	6	81
Приборы и техника эксперимента	3	45
Теория вероятностей и ее применения	2	22—50
Физика твердого тела	6	75
ХИМИЧЕСКИЕ НАУКИ		
Высокомолекулярные соединения	6	75
Геохимия	4	36
Журнал аналитической химии	3	36
Журнал научной и прикладной фотографии и кинематографии	3	22—50
Журнал неорганической химии	6	135
Журнал общей химии	6	165
Журнал прикладной химии	6	112—50
Журнал физической химии	6	135
Известия Академии наук СССР, Отделение химических наук	6	90
Коллоидный журнал	3	36
Радиохимия	3	36
Успехи химии	6	48
ТЕХНИЧЕСКИЕ НАУКИ		
Автоматика и телемеханика	6	67—50
Известия Академии наук СССР, Отделение технических наук. Металлургия и топливо	3	37—50
Известия Академии наук СССР, Отделение технических наук. Механика и машиностроение	3	37—50
Известия Академии наук СССР, Отделение технических наук. Энергетика и автоматика	3	37—50
Прикладная математика и механика	3	58—50
Радиотехника и электроника	6	82—50

Подписка принимается в городских отделах «Союзпечати», конторах и отделениях связи, в пунктах подписки, а также общественными уполномоченными на заводах и фабриках, в научно-исследовательских институтах, учебных заведениях, учреждениях и организациях.

Подписка принимается также отделениями и магазинами «Академкнига» и конторой «Академкнига» по адресу:

Москва, К—12, ул. Куйбышева, 8.

DATE DUE

GAYLORD

PRINTED IN U.S.A.